



G'ulomjon ABDURAXMONOV,
O'zMU dotsenti
Sadoqat SHARIPOVA,
Jizzax davlat pedagogika universiteti o'qituvchisi
E-mail: sadoqatsharipova90@gmail.com
Nurali QARSHIYEV,
Denov tadbirkorlik va pedagogika instituti o'qituvchisi

PhD Y. Absoatov taqrizi asosida

ANALYSIS OF SPECIALLY PURE TITANIUM BY ACTIVATION METHOD

Annotation

This article describes the neutron-activation analysis, which is one of the activation methods for the analysis of titanium (specially pure) element. In it, titanium and its compounds are used as catalysts in some chemical reactions, and its oxides are used in optical fibers. Emphasis was placed on the fact that the electrical, mechanical and catalytic properties of such substances are strongly influenced by the impurities contained in them. The electrical, mechanical and catalytic properties of such substances are strongly influenced by the impurities contained in them. The amount of mixed elements (Fe, Mn, Al, Ca, K, Sb, etc.) in titanium oxide used especially in optoelectronics should not exceed $n \cdot 10^{-6}$ %. Currently, neutron activation analysis is considered one of the methods with multi-element and record high sensitivity.

Key words: mixed elements, titanium special purity, radionuclides, neutron-activation, extraction-chromatography, column chromatography, atomic reactor, high sensitivity, electrodes, distribution coefficient, gamma spectrometry, radiochemical separation, half-life, radiation, neutrons flow.

АНАЛИЗ ОСОБО ЧИСТОГО ТИТАНА МЕТОДОМ АКТИВАЦИИ

Аннотация

В данной статье описан нейтронно-активационный анализ, который является одним из активационных методов анализа элемента титана (особо чистого). В нем титан и его соединения используются в качестве катализаторов в некоторых химических реакциях, а его оксиды используются в оптических волокнах. Акцент был сделан на том, что на электрические, механические и каталитические свойства таких веществ сильное влияние оказывают содержащиеся в них примеси. На электрические, механические и каталитические свойства таких веществ сильно влияют содержащиеся в них примеси. Количество смешанных элементов (Fe, Mn, Al, Ca, K, Sb и др.) в оксиде титана, применяемом, особенно в оптоэлектронике, не должно превышать $n \cdot 10^{-6}$ %. В настоящее время нейтронно-активационный анализ считается одним из методов, обладающих многоэлементностью и рекордно высокой чувствительностью.

Ключевые слова: смешанные элементы, титан особой чистоты, радионуклиды, нейтронно-активационная, экстракционная хроматография, колоночная хроматография, атомный реактор, высокая чувствительность, электроды, коэффициент распределения, гамма-спектрометрия, радиохимическое разделение, период полураспада, излучение, поток нейтронов.

AKTIVATSION USULIDA MAXSUS TOZA TITANNING TAHLILI

Annotatsiya

Mazkur maqolada titan (maxsus toza) elementining analizi aktivatsion usullardan biri bo'lgan neytron-aktivatsion tahlili bayon etilgan. Unda titan va ularning birikmalari ba'zi kimyoviy reaksiyalarda katalizator sifatida, oksidlari optik tolalarda ishlatilmoqda. Bunday moddalarni elektrik, mexanik va katalitik xossalari tarkibidagi aralashma moddalar kuchli ta'sir ko'rsatishi haqidagi masalasiga urg'u berildi. Bunday moddalarni elektrik, mexanik va katalitik xossalari tarkibidagi aralashma moddalar kuchli ta'sir ko'rsatadi. Ayniqsa optoelektronikada ishlatiladigan titan oksidi tarkibidagi aralashma elementlar (Fe, Mn, Al, Ca, K, Sb va boshqalar) miqdori $n \cdot 10^{-6}$ % dan ortib ketmasligi kerak. Hozirgi kunda neytron-aktivatsion tahlil ko'p elementli va rekord darajada yuqori sezgirlikka ega usullardan biri hisoblanishiga asoslangan.

Kalit so'zlari: aralashma elementlar, titan maxsus sof, radionuklidlar, neytron-aktivatsion, ekstraksiya-xromotografiya, kolonkali xromotografiya, atom reaktori, yuqori sezgirlik, elektrodlar, taqsimlanish koefitsiyenti, gamma spektrometriya, radiokimyoviy ajratish, yarim-yemirilish davri, nurlanish, neytronlar oqimi.

Kirish. Yaqin vaqtlargacha titan va uning birikmalarini ishlatilish sohalari o'ta toza mahsulotlarni ishlatilishini ahamoyati muhim emas edi. Oxirgi paytda titan va birikmalarining katalizator sifatida, titan oksidining optoelektronika sohasida qo'llanilishi, bu mahsulotlarning tozaligiga kuchli talab qo'ydi. Masalan optik tola olishda qo'llaniladigan titan oksidi tarkibidagi Fe, Mn, Al, Ca, K, Sb va bir qator boshqa elementlarning miqdori $n \cdot 10^{-6}$ % dan oshmasligi kerak. Bu esa ushbu metallarning tozaligini nazorat qilishda yuqori sezgir va ko'p elementli analitik usullarni qo'llashni taqozo etadi.

Tabiiyki, shunday usullardan biri radiometrik neytron aktivatsiyaviy analiz usuli bo'lib, o'ta yuqori sezgirligi, nazorat tajribasidan forig'ligi, bir vaqtning o'zida bitta namunadan qirqdan ortiq elementni aniqlay olishi bilan boshqa analitik usullar ichida alohida o'rin tutadi.

Lekin namunani neytronlar bilan nurlatish paytida, ko'pgina hollarda, asosiy element radionuklidlarining o'ta yuqori radioaktivligi hisobiga kam miqdordagi aralashma elementlarni aniqlash imkoni bo'lmaydi. Bunday hollarda asosiy element radionuklidlarini aralashma elementlar radionuklidlaridan radiokimyoviy ajratish zarurati tug'iladi. Neytron-aktivatsiyaviy analiz usulining o'ziga xos tomoni shundaki, ko'p hollarda halaqit beruvchi radionuklid sifatida faqatgina asosiy element radionuklidlari emas, balki boshqa qo'shni elementlar radionuklidlari ham bo'lishi mumkin. Masalan titan nurlatilganda qisqa yarim ymirilish davriga ega titan va vanadiy radionuklidlari bilan bir qatorda skandiyning uzoq yashovchi ^{46}Sc va ^{47}Sc radionuklidlari hosil bo'ladi va aralashma elementlarni aniqlashga halaqit qiladi. Bu esa titanning asosiy modda va aralashma elementlar radionuklidlarini radiokimyoviy ajratishga asoslangan analiz usulini ishlab chiqishni taqozo etadi. Titanning tarkibini aniqlashga bag'ishlangan adabiyotlar sharxi shuni ko'rsatdiki bu metallarning o'ta toza namunalarini analiz qilishga bag'ishlangan ishlanmalar juda kam, neytron aktivatsiyaviy analizga bag'ishlangan ishlar esa deyarli yo'q. Shuning uchun maxsus toza titanning ko'p elementli va yuqori sezgir radiokimyoviy neytron aktivatsiyaviy analiz usulini ishlab chiqish dolzarb muammo hisoblanadi. Natijalarning amaliy ahamiyati shundan iboratki, maxsus toza titan va vanadiyning mikroaralashma tarkibini tadqiq qiluvchi analiz usuli ishlab chiqilib bu usul maxsus toza titan olishda mahsulot tozaligini nazorat qilishda qo'llanilishi mumkin. Ushbu ish O'zbekiston Respublikasi Prezidentining 2019 yil 21 noyabrdagi PQ-4526 sonli "Yadro fizikasi instituti ilmiy-tadqiqot faoliyatini qo'llab-quvvatlash chora-tadbirlari to'g'risida" qarorining 3- ilovasida ko'zda tutilgan O'zbekiston Respublikasi Fanlar akademiyasi Yadro fizikasi institutida 2020-2024 yillarda bajariladigan ilmiy tadqiqot ishlari dasturi asosida amalga oshirilgan.

Mavzuga oid adabiyotlar tahlili. Titanning ishlatilish sohalari ularning tarkibidagi aralashma elementlar miqdorini chegaralashni talab qildi. Shuning uchun bu metal o'ta toza va maxsus toza holatda ishlab chiqarila boshladi. Toza moddalarni ishlab chiqarish jarayoni ularning analitik tarkibidagi nazoratni talab qiladi. Shuning uchun bu metallar tarkibidagi aralashma elementlarni yuqori sezgir va ko'p elementli analiz usullaridan foydalanishni taqozo etadi. Fe, Ni, Mn, Cu, Co, Mg, Sn va Cr aralashmalarining izlarini aniqlashda siz-sharbatli titanda ISP-AES usuli bilan aralashmalar $\text{Bi}(\text{OH})_3 + \text{In}(\text{OH})_3$ aralashmasi bilan birikish bilan ajratilgan [1]. Chelex 100 ion almashinuvchisi yordamida aralashmalarining oldindan konsentratsiyasi 0,1-30 ng/ml [2] sof titanda 20 ta aralashma elementini ISP-AES usuli bilan aniqlashga imkon beradi, shu ishda tasvirlangan to'g'ridan-to'g'ri tahlil usuli 0,6-1,5 mg/ml dan 9 ta ifloslikni aniqlashga imkon beradi. Texnika massaning 10^{-4} - $10^{-6}\%$ gacha bo'lgan 20 ta ifloslanishni ta'minlaydi. Titan tetraxlorididagi Al, Cr, Mn, Fe va Sb ni aniqlashda matritsaning vakuum distillashi bilan aralashmalarining konsentratsiyasi qo'llaniladi [5]. Aralashmani aniqlash chegaralari 10^{-8} - $10^{-10}\%$ massa. Titan va uning birikmalarini mikroaralashma tarkibini tahlil qilish bo'yicha ishlar 1.1-jadvalda keltirilgan.

1.1-Jadval

Titanning analiz qilish usullari

Analiz ob'ekti	Analiz usuli	Aralashma elementlarni konsentrlash usullari	Aniqlanadigan elementlar va ularning aniqlanish chegarasi	Adabiyotlar
1	2	3	4	5
TiCl_4	AEA	Vakuumni distillash	Al, Cr, Fe, Mn, Sb; $n \cdot 10^{-8}$ - $n \cdot 10^{-10}\%$ mass.	[5]
Ti	ISP-AES	Aralashma elementlarni $\text{Bi}(\text{OH})_3 + \text{In}(\text{OH})_3$ bilan qo'shib cho'ktirish	Co, Cr, Cu, Fe, Mg, Mn, Ni, Sn;	[1]
Ti	ISP-AES	Oddiy spektral analiz	9 aralashma element; 0,6-1,5 mg/ml	[2]
Ti	ISP-AES	Asosiy moddani Chelex 100 ionitda ajratish	20 aralashma element; 0,1-30 ng/ml	[2]
TiO_2	AEA	TiF_4 xolida xaydash	Al, Ca, Cr, Cu, Fe, Mg, Mn, Ni, Pb, Sn; $n \cdot 10^{-5}$ - $n \cdot 10^{-9}\%$ mass.	[6]
TiO_2	AAA	TiF_4 xolida xaydash	K, Na; $n \cdot 10^{-5}$ - $n \cdot 10^{-8}\%$ mass.	[6]
Ti	MS		B, C, F, N, O, Mg, Si, P, S, Cl, K, Ca, Sc, V, Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Cu, Zn, As, Zr, Nb, Ag, Cd, In, Sn, Sb, Te, I, Hf, Ta, W, Pb, Bi; $n \cdot 10^{-5}$ - $n \cdot 10^{-7}\%$ mass.	[7]

Tadqiqot metodologiyasi. TBF-5M HBr ekstraksiyon xromatografiya tizimida indiyning makromiqdori skandiyning mikromiqdorini birga ekstraksiya qilishi hamda bir qator elementlarning ekstraksiyasini pasaytirishi aniqlandi. Bu 30 dan ortiq aralashma elementlarni skandiydan selektiv ajratish imkonini beruvchi konsentrlash uslubini ishlab chiqish imkonini berdi.

Maxsus toza titan tarkibidagi 36 ta aralashma elementlarni $n \cdot 10^{-5}$ – $n \cdot 10^{-10}\%$ aniqlanish chegarasi bilan tahlil qilish imkonini beruvchi radiokimyoviy neytron aktivatsion analiz usulini ishlab chiqishi muhimdir. Radiokimyoviy neytron aktivatsiyaviy analiz, radioaktiv indikatorlar usuli, ekstraksiya, ekstraksiyaviy xromatografiya va gamma spektrometriya kabi ishonchli va zamonaviy usullar qo'llanilgan.

Tahlil va natijalar. Hozirgi kunda neytron-aktivatsion tahlil ko'p elementli va rekord darajada yuqori sezgirlikka ega usullardan biri hisoblanadi. Shuning uchun toza titanning neytron-aktivatsion tahlil usulini ishlab chiqish dolzarb muammolardan biri hisoblanadi. Shundan kelib chiqib, ushbu ishning maqsadi maxsus toza titanning ko'p elementli va yuqori sezgir, asosiy modda va aralashma elementlarning radionuklidlarini radiokimyoviy ajratishga asoslangan analiz usulini ishlab chiqish hisoblanadi.

Titan va vanadiyning yadro fizikaviy hossalarga ko'ra namunalar nurlatilgandan so'ng, namunalarining radioaktivligi asosan tez neytronlar ta'sirida hosil bo'luvchi skandiy-46, 47 va 48 izotoplari hisobiga bo'ladi. Tadqiqotlar shuni ko'rsatdiki, oldindan indiy bilan to'yintirilgan TBF li kolonkada mikroelementlar ekstraksiyasining pasayishi va skandiyning indiy bilan qo'shib ekstraksiya bo'lishi hisobiga TBF-5M HBr ekstraksiyon xromatografiya tizimida 30 dan ortiq elementlarni selektiv va yuqori samara bilan ajratish mumkin. Bajirilgan tadqiqotlar natijasiga asoslanib maxsus toza vanadiyning radiokimyoviy neytron aktivatsion tahlili usulini ishlab chiqildi. Ushbu tadqiqotda olingan titanning 0,15-0,2 g namuna VVR-SM tadqiqot yadro reaktorida 10-15 soat nurlatildi. 1 kun o'tgach sirt yuzasi ifloslanishni tozalash va tortishdan keyin namuna tegishli kislotada eritildi ($\text{HF} + \text{HNO}_3$). Eritma nam tuzlarga bug'latilib, 4 ml 5M HBr da eritildi. Olingan eritma TBF (indiy bilan oldindan to'yintirilgan) bilan to'ldirilgan kolonka ($d = 0,4$ sm, $h = 5$ sm) orqali o'tkazildi, aralashma elementlar 15-20 ml 5M HBr bilan yuvildi. Elyuat flakonlarga yig'ildi va aralashma elementlarning gamma spektri o'lchandi. Uslub 30 dan ortiq aralashma elementlarni 10^{-5} - $10^{-10}\%$ aniqlash chegaralari va S_r 0,10-0,20 standart xatolik bilan aniqlash imkonini beradi (jadval 2)

Maxsus toza titandagi aralashma elementlarning aniqlanish chegarasi.

Jadval. 2

№	Element	ACh, % mass.	Sr	№	Element	ACh, % mass.	Sr	№	Element	ACh, % mass.	Sr
1	Ag	5.10-7	0,16	13	Gd	8.10-8	0,13	25	Sm	1.10-10	0,12
2	As	5.10-9	0,14	14	Hf	2.10-7	0,16	26	Sn	1.10-6	0,14
3	Ba	7.10-6	0,17	15	K	5.10-6	0,19	27	Sr	2.10-6	0,16
4	Ce	3.10-7	0,15	16	La	4.10-9	0,16	28	Ta	2.10-8	0,17
5	Cd	2.10-6	0,16	17	Mn	1.10-8	0,15	29	Tb	2.10-9	0,16
6	Co	6.10-8	0,11	18	Mo	2.10-8	0,17	30	Te	3.10-6	0,14
7	Cr	4.10-6	0,18	19	Na	1.10-9	0,13	31	Th	1.10-7	0,15
8	Cs	2.10-7	0,17	20	Ni	4.10-5	0,19	32	U	2.10-8	0,18
9	Cu	1.10-8	0,10	21	Rb	1.10-6	0,17	33	W	5.10-9	0,14
10	Eu	2.10-10	0,12	22	Re	2.10-9	0,16	34	Y	5.10-5	0,20
11	Fe	5.10-5	0,20	23	Sb	6.10-9	0,15	35	Zn	3.10-6	0,20
12	Ga	5.10-8	0,15	24	Se	1.10-6	0,17	36	Zr	6.10-5	0,21

Xulosa va takliflar. Titanning oxirgi yillardagi ishlatilish sohalari ularning tozaligiga alohida talablar qo'yishi va bunday maxsus toza moddalarning aralashma tarkibini analiz qilishning yuqori sezgir va ko'p elementli usullarini ishlab chiqarishga talab paydo bo'lgani e'tirof etildi. Titanning yadro-fizikaviy xossalari bu metallar va ularning birikmalari neytron-aktivatsion analiz uchun qulay ob'ektlar ekanini ko'rsatib berildi. Neytron-aktivatsion analiz uchun titan namunalari yadro reaktori neytronlari bilan nurlatilganda xosil bo'ladigan titan radionuklidlari qisqa yarim yemirilish davriga ega bo'lgani sababli tezda parchalanib ketishi hamda namunaning asosiy radioaktivligi (n, p) va (n, α) reaksiyalari bo'yicha xosil bo'ladigan ^{46}Sc , ^{47}Sc , ^{48}Sc radionuklidlari hisobiga bo'lishi aniqlandi. TBF-5M HBr ekstraksiyon xromatografiya tizimida indiyning makromiqdori skandiyning mikromiqdori birga ekstraksiya qilishi hamda bir qator elementlarning ekstraksiyasini pasaytirishi aniqlandi. Bu 30 dan ortiq aralashma elementlarni skandiydan selektiv ajratish imkonini beruvchi konsentrlash uslubini ishlab chiqish imkonini berdi. Maxsus toza titan tarkibidagi 36 ta aralashma elementlarni n.10-5 – n.10-10 % aniqlanish chegarasi bilan tahlil qilish imkonini beruvchi radiokimyoviy neytron aktivatsion analiz uslubini ishlab chiqish imkonini beradi.

ADABIYOTLAR

1. N.Yoshikawa, Y.Ishibashi, N.Gunji, T.Misumi. "Определение следовых количеств металлов в высокочистом титане с использованием отделения примесей соосаждением и АЭ спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой." // Бунсеки кагаку, 1990, т.39, № 12, С.829-833.
2. K.Beckmann, G.Wunsch. "Bestimmung von Spurelementen in Rein-Titan durch ICP-AES ohne und mit Spuren-Matrix-Trennung." // Fresenius' J. Anal. Chem., 1992, V.342, № 6, P.469-472.
3. М.П.Семов. Получение и анализ чистых веществ: Межвуз // сб. Горький: ГГУ, 1981, С.30-31.
4. M.Kohri, O.Kujirai, H.Okochi. "Determination of impurities in vanadium disilicide and vanadium pentoxide by atomic absorption spectrometry and ICP - atomic emission spectrometry after matrix separation." // Anal. Sci., 1991, V.7, № 5, P.767-771.
5. Г.Г.Девярых, В.Н.Шишов, В.Т.Пименов и др. // Журн. аналит. химии, 1978, т.33, С.464-467.
6. Т.М.Малютина. "Анализ чистых тугоплавких металлов и их соединений." // Методы анализа высокочистых веществ. М.: "Наука", 1987, С.279-295.
7. Э.П.Бочкарев. // Науч. тр. ГИРЕДМЕТа. М.: ОНТИ ГИРЕДМЕТа, 1978, т.82, С.3-12.
8. В.Н.Музгин, Л.Б.Хамзина, В.Л.Золотовин, И.Я.Безруков. // Ванадий. Серия: "Аналитическая химия элементов". М.: Наука, 1981, 216 с.
9. Н.К.Рудневский, В.Т.Демарин, И.А.Туманова и др. // Тр. по химии и хим. технологии, 1974, вып. 3 (33), С.84-85.
10. Sadikov I.I., Rakhimov A.V., Salimov M.I., Zinov'ev V.G., Mukhamedshina N.M., Tashimova F.A. Neutron activation analysis of pure uranium: Preconcentration of impurity elements // J. of Radioanal. and Nucl. Chem. – Springer, 2009.- Vol.280,N 3.-P.489-493.
11. Садыков И.И., Рахимов А.В. Определение примесных элементов в чистом уране методом нейтронно-активационного анализа // Аналитика и контроль.- Екатеринбург-2008. –т.12, №1-2. – С.31-35.