

**ИОН-ПЛАЗМА ВА ЛАЗЕР ТЕХНОЛОГИЯЛАРИ ИНСТИТУТИ  
ХУЗУРИДАГИ ИЛМИЙ ДАРАЖАЛАР БЕРУВЧИ  
DSc.30.05.2018.ФМ./Т.65.01 РАҚАМЛИ ИЛМИЙ КЕНГАШ**

---

**ЯДРО ФИЗИКАСИ ИНСТИТУТИ**

**САДИКОВ ИЛХАМ ИСМАИЛОВИЧ**

**ТЕХНОЛОГИК МАҲСУЛОТЛАР ВА ЎТА СОФ МОДДАЛАРНИНГ  
НЕЙТРОН-АКТИВАЦИОН ТАҲЛИЛИ**

**01.04.01 – Экспериментал физиканинг асбоблари ва усуллари**

**Техника фанлари доктори (DSc) диссертацияси  
АВТОРЕФЕРАТИ**

**Тошкенти – 2018**

**Техника фанлари доктори (DSc) диссертацияси  
автореферати мундарижаси**

**Оглавление автореферата диссертации доктора (DSc)  
технических наук**

**Contents of the Dissertation Abstract of the Doctor (DSc)  
on Technical Sciences**

**Садиков Илхам Исмаилович**

Ўта соф моддалар ва технологик маҳсулотларнинг нейтрон-  
активацион таҳлили..... 3

**Садиков Илхам Исмаилович**

Нейтронно-активационный анализ высокочистых веществ и  
технологических материалов..... 29

**Sadikov Ilkham Ismailovich**

Neutron Activation Analysis of High Purity Substances and  
Technological Materials..... 57

**Эълон қилинган ишлар рўйхати**

List of published works  
Список опубликованных работ..... 61

**ИОН-ПЛАЗМА ВА ЛАЗЕР ТЕХНОЛОГИЯЛАРИ ИНСТИТУТИ  
ХУЗУРИДАГИ ИЛМИЙ ДАРАЖАЛАР БЕРУВЧИ  
DSc.30.05.2018.ФМ./Т.65.01 РАҚАМЛИ ИЛМИЙ КЕНГАШ**

---

**ЯДРО ФИЗИКАСИ ИНСТИТУТИ**

**САДИКОВ ИЛХАМ ИСМАИЛОВИЧ**

**ТЕХНОЛОГИК МАҲСУЛОТЛАР ВА ЎТА СОФ МОДДАЛАРНИНГ  
НЕЙТРОН-АКТИВАЦИОН ТАҲЛИЛИ**

**01.04.01 – Экспериментал физиканинг асбоблари ва усуллари**

**Техника фанлари доктори (DSc) диссертацияси  
АВТОРЕФЕРАТИ**

**Тошкенти – 2018**

**Техника фанлари бўйича фан доктори (DSc) диссертацияси мавзуси Ўзбекистон Республикаси Вазирлар Маҳкамаси ҳузуридаги Олий аттестация комиссиясида В.2018.3.DSc.FM.125 рақами билан рўйхатга олинган.**

Диссертацияси Ўзбекистон Республикаси Фанлар академияси Ядро физикаси институтида бажарилган.

Диссертация автореферати уч тилда (ўзбек, рус, инглиз (резюме)) Илмий кенгаш веб-саҳифаси ([www.iplt.uz](http://www.iplt.uz)) ва «Ziyonet» таълим ахборот тармоғида ([www.ziyonet.uz](http://www.ziyonet.uz)) жойлаштирилган.

<b>Илмий маслаҳатчи:</b>	<b>Юлдашев Бехзод Садикович</b> физика-математика фанлари доктори, профессор, академик
<b>Расмий оппонентлар:</b>	<b>Муминов Толиб Мусаевич</b> физика-математика фанлари доктори, профессор, академик <b>Бахрамов Садулла Абдуллаевич</b> физика-математика фанлари доктори, профессор, академик <b>Рахматов Ахмат Зайнутдинович</b> техника фанлари доктори
<b>Етакчи ташкилот:</b>	<b>Самарқанд давлат университети</b>

Диссертация ҳимояси Ион-плазма ва лазер технологиялари институти ҳузуридаги DSc.30.05.2018.FM./Т.65.01 рақамли Илмий кенгашнинг 2018 йил «27» октябрь соат 10<sup>00</sup> даги мажлисида бўлиб ўтди. (Манзил: 100125, Тошкент шаҳри, Дўрмон йўли кўчаси 33, Ион-плазма ва лазер технологиялари институти. Тел. (+99871) 262-31-69; факс (+99871) 263-32-54; e-mail: [info@ipit.uz](mailto:info@ipit.uz)).

Диссертация билан Ион-плазма ва лазер технологиялари институтининг Ахборот-ресурс марказида танишиш мумкин (\_\_\_\_\_ рақами билан рўйхатга олинган. (Манзил: 100125, Тошкент шаҳри, Дўрмон йўли кўчаси 33. Тел. (+99871) 2623169).

Диссертация автореферати 2018 йил «15» октябрь куни тарқатилди.

(2018 йил «\_\_\_» \_\_\_\_\_ даги \_\_\_\_\_ рақамли реестр баённомаси)

**Х.Б. Ашуров**

Илмий даражалар берувчи илмий кенгаш раиси, т.ф.д., катта илмий ходим

**Д.Т.Усманов**

Илмий даражалар берувчи илмий кенгаш илмий котиби, ф.-м.ф.д., катта илмий ходим

**И. Нуриддинов**

Илмий даражалар берувчи илмий кенгаш ҳузуридаги илмий семинар раиси ф.-м.ф.д., профессор

## КИРИШ (докторлик (DSc) диссертацияси аннотацияси)

**Диссертация мавзусининг долзарблиги ва зарурати.** Бугунги кунда жаҳонда ўта соф моддаларни олиш ҳамда уларнинг ҳоссаларини ўрганиш масалаларини ҳал қилишга катта аҳамият берилмоқда. Фан ва техниканинг опто ва микроэлектроника, атом ва космик технологиялар, прецизион асбобсозлик каби замонавий соҳаларини ривожлантириш кўп ҳолларда ўта тоза моддалар олиш технологиясининг охириги ютуқлари билан белгиланади. Ҳозирги кунда бу таркибида ўта кам, аралашмалари  $10^{-9}\%$  ва ундан ҳам кам бўлган моддаларни олиш имконини беради. Ўта тоза моддалар физика ва кимёси соҳасида дунёда фундаментал тадқиқотлар ривожланиш тенденцияси «таркиб-хосса» корреляциясини топишга, олдиндан белгиланган хоссага эга бўлган, келажак материалларини олишга қаратилган. Бундай материалларнинг олиниши уларнинг элемент таркиби тадқиқоти услубларини доимий равишда мукамаллаштириб боришни талаб қилади. Шунинг учун бундай материаллар тозалигини назорати йўлида фойдаланиладиган бир пайтда кўп сонли элементларни  $10^{-7}$ - $10^{-11}\%$  ва ундан ҳам кам миқдорларини аниқлай оладиган таҳлил услублари ишлаб чиқиш вазифаларини ҳал қилиш ўта муҳим.

Ҳозирги кунда жаҳонда нейтрон-активацион таҳлил (НАТ) ўта тоза моддалар таркибидаги микроаралашмаларни физикавий аниқлаш услублари орасида аниқ ва сезгирлиги билан алоҳида ажралиб туради. Аниқлашнинг жуда паст куйи чегараси (баъзи элементлар учун рекорд даражада паст), битта намунадан аралашма элементларнинг катта сонини бир вақтда аниқлаш имконияти (45 та элементгача ва ундан ортиқ), назорат тажрибаси учун тузатишнинг йўқлиги, аралашма элемент радионуклидларининг жуда кам миқдорларини матрица элементларидан ажратишда, радиоактив бўлмаган ташувчилардан фойдаланиш имконияти НАТнинг тоза моддалар таҳлилида кенг фойдаланишини таъминлади. Унинг яна бир муҳим афзаллиги, қайд қилинаётган сигналнинг аниқланадиган элемент миқдorigа чизиқли боғлиқлигидир ва бу натижаларнинг юқори аниқлигини таъминлаб, активацион таҳлилни арбитраж усул сифатида ишлатилишига имкон беради. НАТнинг ушбу афзалликлари уни турли хил технологик материалларда ноёб, тарқоқ ва асил металлларнинг кам миқдорларини аниқлаш имконини беради.

Турли элементларнинг юқори концентрациялари фонида аниқланаётган элементларнинг жуда кам миқдорларини аниқлаш радиоактив атомларнинг ажратиш ва концентрлашнинг юқори самарали ва селектив услубларини ишлатишни тақозо этади.

Мамлакатимиз уран, олтин, мис ишлаб чиқаришда дунёнинг етакчи давлатлардан бири ҳисобланади. Республикада, шунингдек, W, Mo, Se, In, Cd, Te ва уларга йўлдош бўлган Re, Pd, Pt каби қатор ноёб ва тарқоқ металллар қазиб чиқарилади. Металлургия ва кимё саноатида, ўзида анча катта миқдорда ноёб ва нодир металллар тутган ишлаб чиқариш чиқиндиларининг жуда катта захиралари йиғилиб қолмоқда. Шу муносабат

билан, олинган металллар тозалигини аналитик назорат қилиш ва ноёб металллар миқдорининг мониторинги, ҳамда уларни ажратиб олиш технологиясини ишлаб чиқиш долзарб масала бўлиб қолмоқда.

Ўзбекистон Республикаси Президентининг 2017 йил 7 февралдаги ПФ-4947-сон «Ўзбекистон Республикасини янада ривожлантириш бўйича Ҳаракатлар стратегияси тўғрисида»ги Фармони, 2010 йил 15 декабрдаги ПҚ-1443-сон «2011-2015 йилларда Ўзбекистон Республикаси саноатини ривожлантиришнинг устувор йўналишлари тўғрисида»ги, 2017 йил 17 февралдаги ПҚ-2789-сон «Фанлар академияси фаолияти, илмий-тадқиқот ишларини ташкил этиш, бошқариш ва молиялаштиришни янада такомиллаштириш чора-тадбирлари тўғрисида»ги Қарорларида ҳамда мазкур фаолиятга тегишли бошқа меъёрий-ҳуқуқий ҳужжатларда белгиланган вазифаларни амалга оширишга ушбу диссертация тадқиқоти муайян даражада хизмат қилади.

**Тадқиқотнинг республика фан ва технологиялари ривожланишининг устувор йўналишларига мослиги.** Мазкур тадқиқот республика фан ва технологиялари ривожланишининг II «Энергетика, энергия ва ресурс тежамкорлиги» устувор йўналишига мувофиқ бажарилган.

**Диссертация мавзуси бўйича хорижий илмий-тадқиқотлар шарҳи.** Нейтрон активацион таҳлил, жумладан ўта соф моддаларнинг радиоактив нейтрон активациявий таҳлили бўйича тадқиқотлар жаҳоннинг етакчи илмий марказларида ва олий таълим муассасаларида, жумладан: Nuclear Science Center at Washington state University, Laboratory of Radiochemistry and activation analysis, Neutron Sciences at Oak Ridge National Laboratory, Analytical Chemistry Group at the Missouri University, The University of Texas at Austin (АҚШ) каби илмий марказларида, Centre National de la Recherche Scientifique (Франция), Delft University of Technology (Голландия), Nuclear Physics Institute of the Czech Academy of Sciences (Чехия), Institute for Particle and Nuclear Physics Hungarian Academy of Sciences (Венгрия), Institute of Nuclear Physics and Chemistry, CAEP (Хитой), Korea Atomic Energy Research Institute (Корея Республикаси), В.И.Вернадский номидаги Геология ва аналитик кимё институти (Россия), Микроэлектроника технологиялари муаммолари ва ўта соф моддалар институти (Россия), Нодир металллар саноати давлат илмий-тадқиқот ва лойиҳаштириш институти (Россия), Россия фанлар академияси Сибирь бўлимининг Ноорганик кимё институти (Россия), Бирлашган ядро тадқиқотлари институти (Дубна, Россия), Ядровий тадқиқотлар институти (Украина), Ядро физикаси институти (Қозоғистон)да олиб борилмоқда.

Нейтрон-активацион таҳлил усули билан табиий бирикмалар (тупрок, сув, рудалар, геологик намуналарнинг) элемент таркибини ўрганиш бўйича жаҳон миқёсида бир қатор, жумладан қуйидаги илмий натижалар олинган: ўта тоза германий таркибидаги фосфор миқдорини радиоактив НАТ усули билан аниқлашда, фосфорни радиоактив тоза ҳолда ажратиб олиш учун биринчи мартаба 2 камерали автоклавдан ва қалай оксидада

сорбция қилишдан фойдаланиб, рекорд натижага эришилган. (В.И.Вернадский номидаги Геология ва аналитик кимё институти, Россия), компаратор усулини қўллаш устида тадқиқотлар олиб боришган ва бу усулнинг компьютер дастурини такомиллаштиришган (В.И.Вернадский номидаги Геология ва аналитик кимё институти, Россия; Delft University of Technology, Голландия); ТБФ-НСI, НВг экстракциявий хроматография, теллурни метал ҳолида чўктириш, симоб ва теллурни Dowex-1 – НСI ион алмашилиш системасида хроматографик ажратиш усулларида фойдаланиб, ўта соф индий, кадмий, теллур, симоб, мураккаб таркибли  $Cd_xHg_{1-x}Te$  ярим ўтказгичининг микроаралашма таркибини РНАТ усули билан аниқланган (Микроэлектроника технологиялари муаммолари ва ўта соф моддалар институти, Россия); инструментал НАТ усули билан ўта соф кремний ва кўрғошин таркибини аниқлашда, катта массали намуна ва юқори самарали гамма спектрометрларидан фойдаланиб, аралашма элементларини аниқлашнинг ўта паст аниқланиш чегараларига эришишган (Нодир металллар саноати давлат илмий-тадқиқот ва лойихаштириш институти, Россия).

Дунёда ўта соф моддалар олиш ҳамда уларнинг ҳоссаларини ўрганиш бўйича қуйидаги йўналишларда тадқиқот олиб борилмоқда:

аралашма элементларни матрицадан радиоактивий ажратишнинг юқори самарали усуллари ишлаб чиқиш;

тахлилнинг асосий босқичларини муқобиллаштириш йўли билан аниқланиш чегарасини пасайтириш ва аниқлигини ошириш;

элементлар миқдорини компаратор усули билан аниқлашда замонавий дастурлардан фойдаланиш;

мураккаб гамма спектрларни таҳлил қилишни автоматлаштириш бўйича илмий тадқиқотлар ўтказиш.

**Муаммонинг ўрганилганлик даражаси.** Ўта соф моддалар таркибига кирган жуда кам миқдордаги аралашмаларни нейтрон-активацион усулда ўта юқори сезгирлик билан аниқлашни, фақатгина, юқори нейтрон оқимида эга ядро реактори ва замонавий спектрометрик ускуналар билан жиҳозланган илмий марказларда бажариш мумкин. Бугунги кунда дунёда бундай марказлар сони кўп эмас.

Жахоннинг етакчи олимлари, масалан, россиялик (Ю.А.Карпов, Ю.А.Золотов, Э.Н.Гилберт, И.Г.Юделевич, И.Р.Шелпакова, Ю.В.Яковлев, В.П.Колотов, Н.Н.Догадкин, В.К.Карандашев, С.С.Гражулейне, Б.С.Фирсов, М.Н.Шулепников, Т.Т.Киселева, ва бошқалар) олимлар томонидан галлий, кадмий, теллур ва бошқа ўта соф металллар таркибидаги микроаралашмаларни аниқлашда матрица ва аралашма элементлар радионуклидларини турли экстрагентлар ёрдамида ажратишга асосланган радиоактивий нейтрон-активациявий таҳлил қилиш усулларини ишлаб чиқиш устида изланишлар олиб борилган. Бунда аралашма ва матрица элементлари радионуклидларини бир-биридан ажратишда ҳозирги кунда мавжуд барча: чўктириш, буғлатиш, экстракция, ион алмашилиш, хроматография каби радиоактивий усуллардан фойдаланилган.

Америкалик олимлар (Sh. Landsberger бошчилигидаги илмий гуруҳ) асосан гамма спектрометрик ўлчашлар пайтида юқори энергияли гамма нурланиш натижасида паст энергиялар соҳасидаги гамма нурланишини ўлчашга халақит берувчи комптон нурланишини камайтириш устида изланишлар олиб бормоқда (University of Texas at Austin, АҚШ).

Бугунги кунда НАТ усули асосан атроф муҳит намуналари таҳлили учун инструментал вариантда қўлланилмоқда. Ўта тоза моддалар таҳлили учун кўпроқ масс-спектрометрия усуллари, хусусан индуктив боғланган плазмали масс-спектрометрия усули қўлланилмоқда. Лекин нейтрон-активацион таҳлил усули, кенг тарқалмаганига қарамасдан, ўта соф моддалар таркибидаги кўпгина элементларни аниқлашда мавжуд, барча усуллардан устун туради. Шунинг учун ўта соф моддаларнинг микроаралашма таркибини нейтрон-активацион таҳлили билан аниқлаш услубларини ишлаб чиқиш долзарб муаммо ҳисобланади.

**Диссертация мавзусининг диссертация бажарилган олий таълим муассасаси илмий-тадқиқот ишлари билан боғлиқлиги.** Диссертация тадқиқоти Ядро физикаси институтининг Ф-2.1.20 рақамли «Махсус тоза моддаларнинг микроаралашма таркибини ядро-физикавий таҳлил усуллари билан тадқиқ этиш ва турли технологик материаллар таркибидаги ноёб ва кам тарқалган элементларни аниқлаш» (2003-2007),

П-7.21 рақамли «Ишлатилган АПК-2 катализатори таркибидаги палладийни ажратиб олиш услубини ишлаб чиқиш» (2003-2005), ФА-А14-Ф060 рақамли «Табиий ва технологик материаллар таркибидаги оғир ва ноёб металллар миқдорини аниқлашнинг янги, юқори сезгир ядро-физикавий усулларини ишлаб чиқиш» (2009-2011), ФА-Ф2-Ф.064-Ф.063 рақамли «Элементларни фазалараро тақсимланиши ва уларни табиий ва техноген системаларда таҳлили» (2007-2011); Ф7-ФА-Ф.122 рақамли «Ядро физикавий усуллар ёрдамида нодир ва нодир ер металлларининг янги (фосфор) органик моддалар билан комплекс ҳосил қилиш хусусиятини тадқиқ этиш» (2012-2016) ҳамда Украина илмий-технологик маркази халқаро гранти Uzb-26 рақамли «Ўта соф моддалар ва атроф муҳит намуналарининг макро ва микрокомпонент таркибини радиоаналитик аниқлаш усуллари» (2001-2004) мавзусидаги илмий лойиҳалар доирасида бажарилган.

**Тадқиқотнинг мақсади** ўта тоза Si, Ga, Zr, In, Te, Pd, Pt, U нинг нейтрон активациявий таҳлил услублари мажмуаси ҳамда техноген маҳсулотлар таркибидаги нодир ва тарқоқ металллар миқдорини аниқлаш ва уларни ажратиб олиш услубларини ишлаб чиқишдан иборат.

**Тадқиқотнинг вазифалари:**

ТБФ-НСl, НBr, HNO<sub>3</sub> системаларида Ga, Zr, In, Te, U макрокомпонентлари ва 30 дан ортиқ элементлар микромиқдорларининг экстракцион ва экстракцион хроматографик табиатини аниқлаш;

ТБФ-HNO<sub>3</sub> экстракцион ва экстракцион-хроматографик системасида ураннинг макромиқдорлари ва <sup>239</sup>Np нинг микромиқдоридан, 30 га яқин элементларни ажратиб олиш услубини яратиш;

Dowex 1x8 – нитрат кислота анион алмашилиш хроматографияси системасида палладий ва платинанинг макромиқдорларидан 35 дан ортиқ аралашма элементлар микромиқдорларини ажратиб олиш услубини ишлаб чиқиш;

Si, Ga, Zr, Pd, In, Te, Pt ва U инструментал ва радиокимёвий НАА си кўп элементли услублари мажмуасини яратиш,

палладийни кислотали эритмалардан гидразингидрат билан чўктириш, филтрлаш ва қайта тозалаш шароитларини оптималлаштириш;

АПК-2 ишлатилган катализатори таркибидан 99,9% тозаликдаги металл палладийни ажратиб олиш услуби ва технологиясини ишлаб чиқиш.

осмий микромиқдорларини дистилляция ва экстракцион-хроматография усуллари билан ажратиб олиш услубларини яратиш;

**Тадқиқотнинг объекти** ўта тоза Si, Ga, Zr, Pd, In, Te, Pt ва U, АПК-2 ишлатилган катализатори, мис-молибден ишлаб чиқариш жараёнида ҳосил бўладиган сульфат кислотали чиқинди оқава сувлар ва осмий металидан иборат.

**Тадқиқотнинг предмети** Ga, Zr, Pd, In, Te, Pt ва U ни турли юқори самарали концентрлаш усуллари билан аралашма элементлардан ажратиш ва 20-38 аралашма элементларини юқори сезгирлик билан нейтрон-активациявий аниқлаш, гамма-спектрометрияда систематик хатоликни камайтириш ва ҳисобга олиш, технологик материаллардан палладий ва осмийни ажратиб олишдан иборат.

**Тадқиқотнинг усуллари.** Тадқиқотлар жараёнида радиокимёвий ажратишнинг чўктириш, дистилляция, экстракция, ион алмашилиш ва хроматография усуллари, бу усуллар билан элементларнинг табиатини ўрганишда радиоактив индикаторлар усули, ўлчашларда гамма ва рентгенфлуоресцент спектрометрияси усуллари қўлланилди.

**Тадқиқотнинг илмий янгилиги** қуйидагилардан иборат:

ўта соф кремнийни инструментал нейтрон-активацион таҳлил вариантыда гамма спектрометрик ускунанинг юқори қайд тезликларида ишлаш мобайнидаги систематик хатоликни камайтириш ва ҳисобга олиш услублари ишлаб чиқилган;

ТБФ-НСl, ТБФ-НВr, ТБФ-ННО<sub>3</sub>, Д2ЭГФК-НСl, Д2ЭГФК-ННО<sub>3</sub> системаларида Ga, Zr, In, Te ва U макрокомпонентларини, қатор элементлар микромиқдорларидан, экстракцион ва экстракцион хроматографик усуллар билан юқори самарали ажратиш услублари ишлаб чиқилган;

биринчи маротаба ураннынг микроэлемент таркибини нейтрон активацион таҳлилнинг икки варианты радиокимёвий ва нурлатишдан олдин концентрлаш усуллари мажмуаси ёрдамида парчаланиш маҳсулотлари қийматини ҳисобга олган ҳолдаги услуби ишлаб чиқилган;

биринчи марта  $n \cdot 10^{-4}$  –  $n \cdot 10^{-9}\%$  масс аниқлаш чегараси билан 34та элементни аниқлаш имконини берадиган палладий ва платинанинг радиокимёвий нейтрон-активацион таҳлили услублари ишлаб чиқилган;

кислотали эритмалардан палладийнинг 98,2% миқдорини гидразин гидрат ёрдамида чўктириш ва 99.92% тозаликгача қайта тозалашнинг оптимал шароитлари аниқланган;

осмийни сульфатли чиқинди эритмалардан дистилляция услуги билан 95% гача ва экстракцион хроматография билан 72% гача ажратиб олиш шароитлари ишлаб чиқилган.

**Тадқиқотнинг амалий натижалари** куйидагилардан иборат:

ўта соф галлийнинг радиоактивий нейтрон-активацион таҳлилида аниқланадиган элементлар сонини ошириш мақсадида ТБФ-НС1 экстракцион-хроматография системасида 10 тадан ортиқ элементлар экстракциясини теллурнинг макромиқдори билан пасайтириш усули ишлаб чиқилган;

ўта тоза Ga, Zr, In, Te, Pd, Pt ва U нинг кўп элементли ва юқори сезгир нейтрон-активацион таҳлил услублари ишлаб чиқилган;

техноген маҳсулотлар таркибидан палладий ва осмий металлларини ажратиб олиш услублари ишлаб чиқилган.

**Тадқиқот натижаларининг ишончлилиги** миқдори ўлчанган элементлар радионуклидларининг гамма спектрлари, моддаларнинг рентгенфлуоресцент спектрлари, уларнинг миқдорини ҳисоблашда Давлат реестри рақами №5920-91 бўлган ва Ўта тоза моддалар кимёси институти томонидан чиқарилган ва дунёнинг 8 та нуфузли аналитик лабораториялари томонидан лабораториялар аро таҳлил қиланган ўта соф кремний стандарт намунасида фойланилганлиги билан изоҳланади.

**Тадқиқот натижаларининг илмий ва амалий аҳамияти.** Тадқиқот натижаларининг илмий аҳамияти уларнинг иқтисодиёт тармоқлари учун янги матерриаллар яратиш ва янги ресурс тежамкор технологиялар ишлаб чиқиш каби долзарб муаммоларини ҳал қилишга қаратилганлиги, бу муаммоларни ҳал қилишда биринчи мартаба бир элементнинг макромиқдори бошқа элементлар микромиқдорларининг экстракциясини пасайтириши эффектидан фойдаланиб, элементларни бир биридан ажратиш селективлигини ошириш имкониятининг кўрсатиб берилгани, ўта тоза Si, Ga, Zr, Pd, In, Te, Pt ва U нинг 25 дан 34 гача элементларни  $n \cdot 10^{-4} - n \cdot 10^{-13} \%$  гача миқдорларини  $s_r$  0,15-0,25 билан аниқлаш имконини берувчи юқори сезгир, кўп элементли инструментал ва радиоактивий НАТ усуллари мажмуасини ишлаб чиқилганлиги билан изоҳланади.

Тадқиқот натижаларининг амалий аҳамияти ишлаб чиқилган инструментал ва радиоактивий НАТ услублари Ядро физикаси институти ва «Пиллар» Ёпиқ акциядорлик жамияти ўртасидаги халқаро контрактни бажаришда, «Тезлатгич» корхонасида германий-68 радионуклидини олишда ўта соф галлий циклотрон нишонини тайёрлаш жараёнида, Ядро физикаси институтида ўта соф теллур олишда технологик жараённинг аналитик назорати ва олинган маҳсулот тозалигини аниқлашда, ҳамда 3,86 т ишлатилган АПК-2 катализаторидан 51 кг тоза метал палладий ажратиб

олишда («Электрохимпром» Чирчиқ ишлаб чиқариш бирлашмаси (ЧИЧБ)) қўлланилгани билан изоҳланади.

**Тадқиқот натижаларининг амалиётга жорий қилиниши.** Ўта соф моддалар ва технологик маҳсулотларнинг нейтрон-активацион таҳлилига оид олинган натижалар асосида:

ўта соф галлийнинг радиоактив нейтрон-активацион таҳлили усули «Тезлатгич» илмий ишлаб чиқариш корхонасида германий-68 радионуклидини олиш ва галлий циклотрон нишонини тайёрлаш учун қўлланилган («Тезлатгич» корхонасининг 2018 йил 11 майдаги 249/1-сон маълумотномаси). Илмий натижаларининг қўлланилиши 1 Кюрис 120000 АҚШ доллари бўлган 0,1 Кюри германий-68 олиш натижасида экспорт маҳсулоти ҳажмини ошириш имконини берган;

ўта соф галлийнинг радиоактив нейтрон-активацион таҳлили усули «Тезлатгич» илмий ишлаб чиқариш корхонасида  $^{68}\text{Ge}/^{68}\text{Ga}$  радионуклид генераторини яратиш учун қўлланилган («Тезлатгич» корхонасининг 2018 йил 11 майдаги 249/1-сон маълумотномаси). Илмий натижаларининг қўлланилиши  $^{68}\text{Ge}/^{68}\text{Ga}$  радионуклид генераторининг тажриба моделини яратиш имконини берган;

ўта соф теллур микроаралашма таркибини аниқлашнинг нейтрон-активацион таҳлили усули Ядро физикаси институтида ўта соф теллур олиш технологик жараёнининг турли босқичларида аналитик назоратни таъминлаш, бошланғич (95-96%) ва якуний маҳсулот (99,999%) таркибини аниқлашда қўлланилган (Ўзбекистон Республикаси Фанлар академиясининг 2018 йил 2 августдаги №2/1255-2049–сон маълумотномаси). Илмий натижалардан фойдаланиш 120 дан ортиқ таҳлил ўтказиш ва бу билан 1 килограммининг нархи 200-220 АҚШ доллари бўлган 200 кг дан ортиқ ўта соф теллур олиш ва бунинг натижасида институтнинг экспорт потенциалини ошириш имконини берган;

кўп элементли ва юқори сезгир нейтрон-активацион таҳлил услублари радионуклидлар ва оғир металлларнинг силикат сорбентларида, сувли муҳитда тақсимланиш коэффициентларини ўлчаш учун ФА-А12-Ф009 рақамли «Сувли муҳитдан радионуклидлар ва оғир металлларни ажратиш олиш учун силикатлар асосида танлаб таъсир этувчи сорбентлар тайёрлаш технологиясини ишлаб чиқиш» (2015-2017) амалий лойиҳа доирасида фойдаланилган (Ўзбекистон Республикаси Фанлар академиясининг 2018 йил 2 августдаги №2/1255-2049-сон маълумотномаси). Илмий натижалардан фойдаланиш ишлаб чиқилган сорбентларнинг ишлатилиш соҳасини, ажратиш олинадиган оғир металллар ва радионуклидлар турини, уларни ажратиш самардорлигини аниқлаш имконини берган.

**Тадқиқот натижаларининг апробацияси.** Мазкур тадқиқот натижалари 10 та халқаро ва республика илмий-амалий анжуманларида муҳокамадан ўтказилган.

**Тадқиқот натижаларининг эълон қилинганлиги.** Диссертация мавзуси бўйича жами 33 та илмий иш чоп этилган, шулардан, Ўзбекистон

Республикаси Олий аттестация комиссиясининг докторлик диссертациялари асосий илмий натижаларини чоп этишга тавсия этилган илмий нашрларда 11 та мақола, шулардан 8 таси хорижий журналларда нашр этилган.

**Диссертациянинг тузилиши ва ҳажми.** Диссертация таркиби кириш қисми, олтита боб, хулоса ва фойдаланилган адабиётлар рўйхатидан иборат. Диссертациянинг ҳажми 143 бетни ташкил этади.

## ДИССЕРТАЦИЯНИНГ АСОСИЙ МАЗМУНИ

**Кириш** қисмида ўтказилган тадқиқотларнинг долзарблиги ва зарурати асосланган, тадқиқотнинг мақсади ва вазифалари, объект ва предмети тавсифланган, республика фан ва технологиялари ривожланишининг устувор йўналишларига мослиги кўрсатилган, тадқиқотнинг илмий янгилиги ва амалий натижалари баён қилинган, олинган натижаларнинг илмий ва амалий аҳамияти очиқ берилган, тадқиқот натижаларини амалиётга жорий қилиш, нашр этилган ишлар ва диссертация тузилиши бўйича маълумотлар келтирилган.

Диссертациянинг «**Ўта тоза моддаларни таҳлил қилиш усуллари**нинг **замонавий ҳолати**» деб номланган биринчи бобида юқори тозаликдаги моддаларнинг аналитик кимёсида қўлланилувчи сезувчанлиги юқори бўлган ҳамда кўп элементли таҳлил усуллари қаторида нейтрон-активацион таҳлилнинг ўрнини аниқлаш мақсадида юқори тозаликдаги моддалар аналитик кимёси замонавий ҳолатининг шарҳи ўтказилди. Нейтрон-активацион таҳлилнинг ўзига ҳослиги, ушбу усулдаги учта вариантнинг (инструментал, радиокимёвий ва нурлантиришгача бўлган концентрлаш) афзалликлари ва камчиликлари кўрсатилди ва уларнинг қўлланиш соҳалари кўриб чиқилди. Тозалиги юқори бўлган моддаларнинг радиокимёвий Нейтрон-активацион таҳлилида тавсия этилган концентрлаш усуллари алоҳида талаблар қўйилди. Тозалиги юқори бўлган уран, палладий, платина, цирконий, галлий ва индийларнинг замонавий таҳлил усуллари ҳолатига доир шарҳлар ўтказилди. Ушбу бобнинг хулосасида диссертацияга қўйилган мақсадларга эришиш учун зарур бўлган асосий тадқиқот йўналишлари ва вазифалари шакллантирилди.

Диссертациянинг «**Тажриба техникаси**» деб номланган иккинчи бобида концентрлаш усуллари ишлаб чиқишда элементларнинг ҳоссалари радиоактив индикаторлар усулида тадқиқ қилинган. Радиоактив индикаторларни мос металллар, уларнинг оксидлари ва тузларини ядро реактори нейтронлари билан нурлантириб олинди.

Нурлантириш ЎзР ФА Ядро физикаси институти ВВР-СМ русумли тадқиқот ядро реакторининг вертикал каналларида зичлиги  $(0,8-1,2) \cdot 10^{14}$  нейт./см<sup>2</sup>.с бўлган нейтронлар оқими билан 30 сониядан 150 соатгача вақт мобайнида ўтказилди.

Радионуклидларнинг гамма активлиги, ўта тоза германий кристаллидан тайёрланган детектордан (Canberra фирмаси, АҚШ, энергетик аниқлиги

1332,5 кэВ чизиғи буйича 1,7 кэВ га тенг, 1332,5 кэВ чизиғи учун нисбий кайд килиш самарадорлиги 10, 15, 20%, пик: комптон нисбати 44:1), ҳамда кўп каналли DSA-1000 анализаторидан (Canberra, АКШ) иборат бўлган гамма-спектрометрда ўтказилди. Спектрал маълумотлар Genie-2000 дастури ёрдамида қайта ишланди.

Суюқ намуналарнинг гамма-активлиги стандарт полиэтилен флаконларда ўлчанди. Нисбий ўлчашларда бир хил ўлчаш геометриясини таъминлаш учун намуналар ҳажми бир хил қилиб олинди.

Экстракцион ва ион алмашинув ажратиш жараёнида элементлар хоссалари, ҳажми 20-25 мл ли қирилган пробкали шиша пробиркаларда, ҳона ҳароратида ўрганилди. Тақсимланиш коэффициентларини (D) аниқлашда пробиркаларга ўрганилаётган элементларнинг радионуклидларини ўзида тутган мос концентрациядаги 5 мл кислота эритмасидан солинди, сўнгра пробиркага 5 мл экстрагент ёки 1 г ион алмашиниш смоласидан кўшилди ва аралашмани 5-30 дақиқа давомида аралаштирилди. Фазалар ажралганидан сўнг алиқвоталар олинди ва гамма-активлиги ўлчанди.

Экстракцион хроматографияни қуйидаги системаларда ўтказилди: ТБФ- $\text{HNO}_3$ , ТБФ- $\text{HCl}$ , ТБФ- $\text{HBr}$ , ТБФ- $\text{H}_2\text{SO}_4$ , ТОА- $\text{H}_2\text{SO}_4$ , ТОФО- $\text{H}_2\text{SO}_4$ , Д2ЭГФК- $\text{HCl}$ , Д2ЭГФК- $\text{HNO}_3$ , Д2ЭГФК- $\text{H}_2\text{SO}_4$ . Қаттиқ фазали экстрагентни тефлон кукунига керакли экстрагентларни шимдириш орқали тайёрланди. Ион алмашиниш хроматографиясини Dowex-1x8 - $\text{HCl}$ ,  $\text{HNO}_3$ ,  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ,  $\text{H}_3\text{PO}_4$  системаларда ўтказилди. Хроматография учун шишали хроматографик колонкалардан фойдаланилди (ички диаметри 0,7 см, баландлиги 25 см), кўзғалмайдиган фазани суспензион усул билан тўлдирилди. Элюирлаш тезлиги 1 дақиқада 0,7-1 миллилитрни ташкил этди. Хроматографик колонка узунлиги буйича макрокомпонентларнинг тақсимланишини ўрганиш учун қалинлиги 5 см, коллиматор кенглиги 0,5 см бўлган стандарт кўрғошин ғиштлар билан ҳимояланган ярим ўтказгичли детекторда кетма-кет равишда хроматографик колонка тор зоналарининг гамма-активлиги ўлчанди. Микрокомпонентларни элюирлаш эгри чизиқларини тузиш учун элюатни пластик флаконларга 1 мл ли алоҳида фракциялар холида йиғилди, ҳар бир фракциядаги ўрганилаётган радионуклидларнинг гамма-активликлари ўлчанди ва элюат ҳажмига қараб  $C_0/C_i$  (ҳар бир фракциядаги радионуклидлар гамма-активлигининг -  $C_i$  умумий гамма-активликка -  $C_0$  нисбати) нисбати графиги тузилди.

Диссертациянинг «**Ўта соф кремнийнинг инструментал нейтрон-активацион тахлили**» деб номланган учинчи бобида аралашма элементларнинг инструментал (нодеструктив) нейтрон-активацион аниқлаш (ИНАА) вариантыда, асосий элемент радионуклидлари аралашма элементлар радионуклидларининг активлигини ўлчашда халақит бермайдиган ҳолатда қўллаш мумкинлиги таъкидланди. Ўта тоза кремний ИНАА учун жуда қулай бўлган материал ҳисобланади. Кичик активланиш кесими (0,1 барн),  $^{31}\text{Si}$  матрица радионуклидининг қисқа ярим емирилиш даври (2,62 соат), гамма-квантнинг кам чиқиши (0,007%), ўта тоза кремнийдаги микроаралашмалар

миқдорини нейтрон-активацион таҳлилнинг инструментал варианты ёрдамида аниқлаш учун жуда қулай шароит яратади.

Ўта паст аниқланиш чегараларига эришиш учун маълум ишлардаги авторлар 1500 г гача намунани 50 соат нурлантиришган. Бундай шароитда интерференция реакциялари бўйича нисбатан юқори радиоактивликка эга  $^{24}\text{Na}$  радионуклиди ҳосил бўлади, бу эса ўз навбатида ўлчашдаги катта систематик ҳатоликларига олиб келади. Шунинг учун гамма-активликни ўлчашни нурлантириш тугагандан сўнг 3-4 кун ўтиб бошланган.

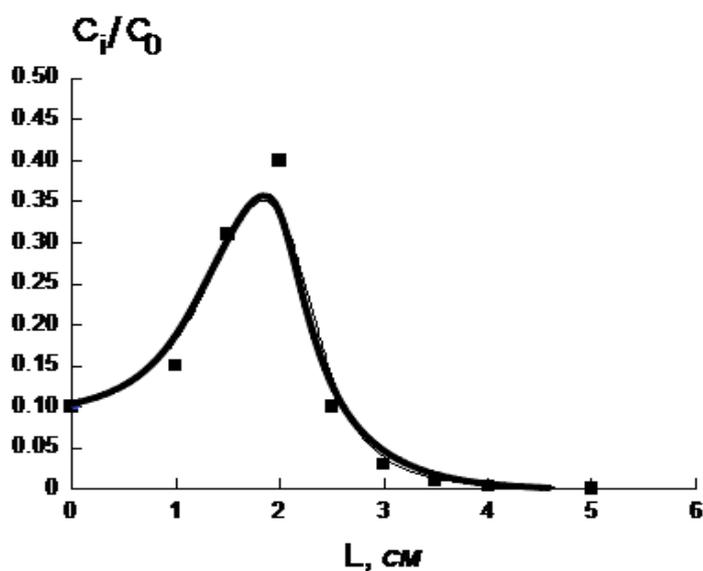
Ушбу ишда ўта тоза кремнийнинг ИНАТ учун массаси 0,5 дан 5 г гача бўлган намуналардан фойдаланилди. Намуналар 50-150 соат давомида ВВР-СМ ядро реакторининг нейтронлар оқими зичлиги  $1.10^{14}$  ней./см<sup>2</sup>.с бўлган бўйлама каналида нурлантирилди. Юқори ўлчаш тезлиги шароитидаги систематик ҳатоликларини камайтириш ва ҳисобга олиш учун ишлаб чиқилган гамма-активликни ўлчаш усули қўлланилди. Ушбу усул спектрометрик трактнинг ўтказиш қобилятини ошириш, ҳамда ўлчашнинг систематик ҳатолигини камайтириш имконини беради. Бу эса, ўз навбатида совиш вақтини 1 кунгача қисқартириш ва ўта тоза кремний таркибидаги 40 дан ортиқ элементларни  $n.10^{-8}$  –  $n.10^{-13}\%$  массавий аниқланиш чегараси (АЧ) билан аниқлаш имконини берди.

**Диссертациянинг «Ўта тоза моддалар нейтрон-активацион таҳлилида концентрлашнинг экстракцион ва экстракцион-хроматография услубларидан фойдаланиш»** деб номланган тўртинчи бобида асосий ва аралашма элементлар радионуклидларини радиокимёвий ажратиш амалиётида энг кўп ишлатиладиган экстракция ва экстракцион хроматография концентрлаш усуллари таърифланди. Экстрагент сифатида турли экстрагентлар, жумладан трибутилфосфат (ТБФ), универсал экстрагент сифатида кенг ишлатилади. Тадқиқотларимизда турли минерал кислоталар эритмаларида аниқланадиган элементларнинг микромиқдорларини уран, индий ва галлийнинг макромиқдорларидан ТБФ ёрдамида, цирконий, гафний, ниобий макромиқдорларидан Ди-(2-этилгексил)-фосфат кислота (Д2-ЭГФК) ёрдамида ажратиш имкониятлари ўрганилган.

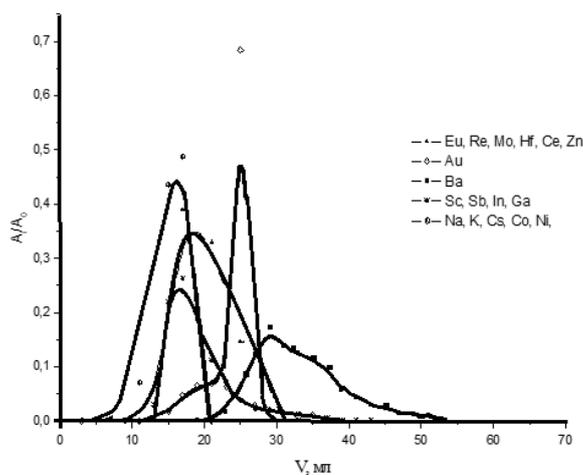
*Махсус тоза ураннинг радиокимёвий нейтрон-активацион таҳлили.* Адабиётлар таҳлили уларда ураннинг нейтрон-активацион таҳлиliga бағишланган ишлар деярли йўқлигини кўрсатди. Бунинг сабаби, уранни ядро реактори нейтронлари билан нурлантирилганда, жуда юқори солиштирма активликка эга бўлган бир нечта радионуклидлар – парчаланиш маҳсулотлари ҳосил бўлиши ва уларнинг таҳлил натижаларига таъсирини тўғри баҳолаш жуда мураккаб вазифа ҳисобланишида бўлиши мумкин. Бундан ташқари, уранни ядро реактори нейтронлари билан нурлатилганда, намунанинг асосий активлигини  $^{239}\text{U}$  бета-парчаланиши натижасида ҳосил бўладиган  $^{239}\text{Np}$  активлиги ташкил қилади. Адабиётларда  $^{239}\text{Np}$  ажратиш бўйича ишлар ҳам жуда кам. Шу билан бирга, НАТ нинг потенциал имкониятлари уран таркибида жуда паст АЧ билан 20 дан зиёд аралашма элементларни аниқлаш имконини беради.

Шу муносабат билан уранинг НАТ услубини аввалдан концентрлаш ва радиоактив вариантларни қўллаган ҳолда ишлаб чиқилди. Тажрибалар нептунийни ТБФ-НСI системасида энг юқори самара билан экстракция қилинишини кўрсатди. Бироқ, бу система селектив эмас ва уран билан бирга 10дан ортиқ элемент ажралади, бу аниқланадиган элементларнинг сонини қисқартиради. ТБФ-6М  $\text{HNO}_3$  экстракцион-хроматография системаси селективлиги анчагина юқорирок ( $D_{\text{Np}}=110$ ,  $D_i$  25 дан ортиқ элементлар учун 10 дан кам).

Колонканинг узунлиги бўйлаб нептунийнинг тақсимланиш эгрисини ўлчаш шуни кўрсатдики, 10-12 мм диаметри колонкада нептунийнинг асосий қисми биринчи 4-5 см ичида (1-расм) анчагина кенг чўққи билан экстракция бўлади. Бу уранинг макромикдорлари ( $D_U \approx 300$ ) нептунийнинг микромикдорлари экстракциясини пасайтириши сабабли бўлиши мумкин.



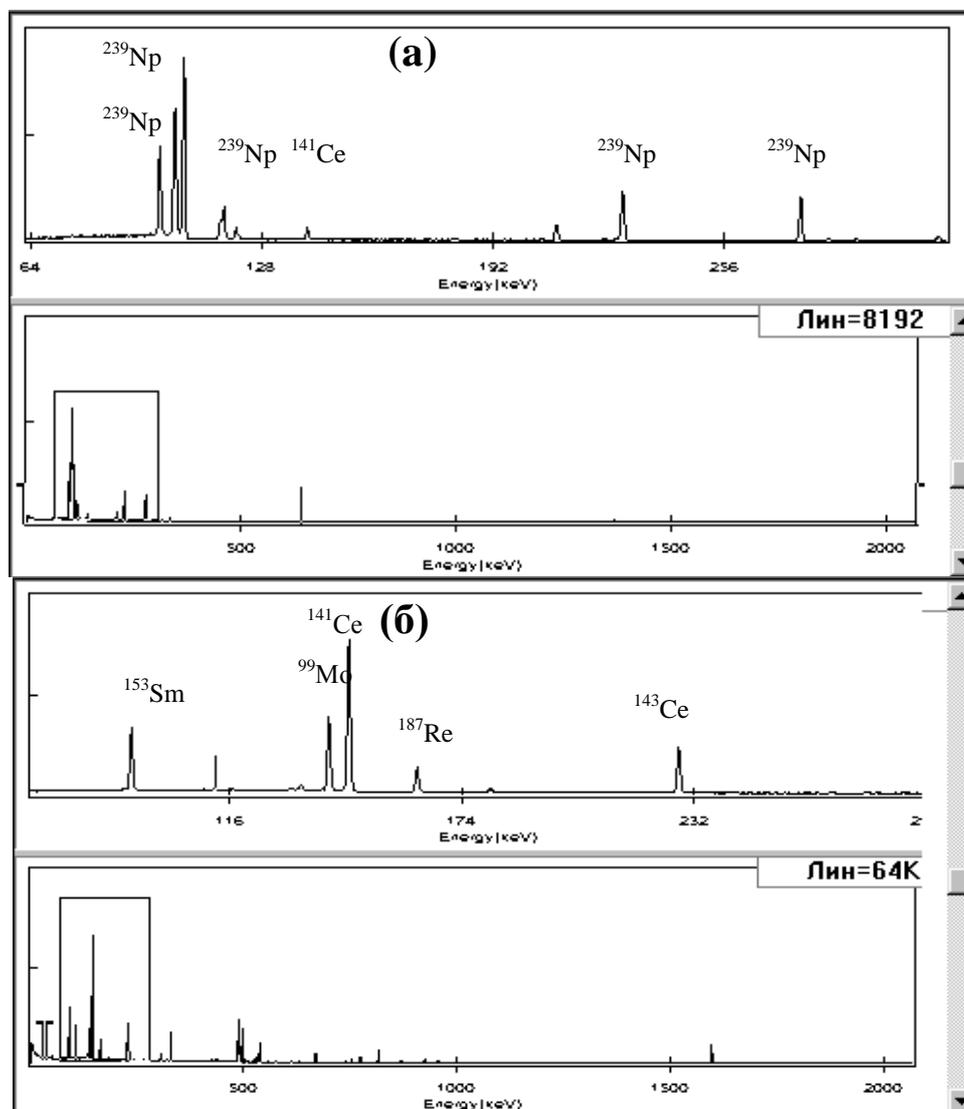
1-расм. Нептунийнинг хроматографик колонка узунлиги бўйича тақсимланиш эгриси



2-расм. ТБФ-6М  $\text{HNO}_3$  системасида аниқланаётган элементларнинг ювилиш эгрилари

1-расмдан кўришиб турибдики, Нептунийни тўлиқ ушлаб туриш учун колонкада камида 7 см баландликдаги сорбент қатлами талаб қилинади ва элюентнинг ажратиладиган элементларнинг микроикдорлари тўлиқ ювилиши учун ҳажми 60 мл дан кам бўлмаслиги зарур (2-расм). Аниқланаётган элементларнинг кимёвий чиқиши 92-98% ни ташкил этди.

3-расмда кўрсатилган икки спектрни солиштириш, радиокимёвий ажратишнинг афзаллигини кўрсатди.



3-расм. Уран намунасининг матрицани радиокимёвий ажратишгача (а), ва ажратгандан кейинги (б) спектри

3(а)-шаклдан кўришиб турибдики, радиокимёвий ажратишдан олдин, спектрда асосан  $^{239}\text{Np}$  нинг гамма чўққилари кўришиб турибди.  $^{239}\text{Np}$  ни радиокимёвий ажратишдан сўнг, бу чўққилар деярли кўринмайди, лекин спектрнинг юмшоқ соҳасида ураннын парчаланиш маҳсулотларининг ( $^{99}\text{Mo}$ ,  $^{141}\text{Ce}$ ,  $^{134, 137}\text{Cs}$ ) гамма чўққилари устунлик қилади. Шунинг учун, парчаланиш маҳсулотларининг таҳлил натижаларига таъсирини баҳолаш учун, намуна НАТнинг нурлантиришдан олдин концентрлаш (НОКНАТ) вариантида таҳлил қилинди. Икки вариантдаги таҳлил натижаларини таққослаш 1-жадвалда келтирилган.

**1-жадвал**

**РНАТ ва НОКНАТ вариантларида баъзи элементларни аниқлаш  
натижаларини таққослаш**

№	Элемент	РНАТ	НОКНАТ	Назорат тажрибаси
1	Na	$2,0 \cdot 10^{-5}$	$4,2 \cdot 10^{-2}$	$4,0 \cdot 10^{-2}$
2	K	$1,1 \cdot 10^{-5}$	$2,5 \cdot 10^{-3}$	$2,7 \cdot 10^{-3}$
3	Sc	$3,2 \cdot 10^{-6}$	$5,4 \cdot 10^{-5}$	$5,4 \cdot 10^{-5}$
4	Cr	$3,1 \cdot 10^{-5}$	$2,2 \cdot 10^{-4}$	$2,0 \cdot 10^{-4}$
5	Fe	$6,9 \cdot 10^{-3}$	$2,1 \cdot 10^{-2}$	$2,3 \cdot 10^{-2}$
6	Ga	$3,2 \cdot 10^{-5}$	$4,2 \cdot 10^{-5}$	$8,2 \cdot 10^{-6}$
7	Mo	1,2	$3,4 \cdot 10^{-4}$	$2,5 \cdot 10^{-5}$
8	Cs	0,6	$4,1 \cdot 10^{-5}$	$2,0 \cdot 10^{-5}$
9	Ce	5,3	$1,2 \cdot 10^{-4}$	$2,4 \cdot 10^{-5}$
10	Sm	$3,6 \cdot 10^{-5}$	$4,1 \cdot 10^{-5}$	$2,6 \cdot 10^{-7}$
11	Eu	$1,4 \cdot 10^{-6}$	$2,0 \cdot 10^{-6}$	$1,2 \cdot 10^{-7}$
12	Gd	$1,5 \cdot 10^{-5}$	$1,8 \cdot 10^{-5}$	$6,3 \cdot 10^{-6}$
13	Tb	$1,4 \cdot 10^{-5}$	$6,0 \cdot 10^{-6}$	$5,7 \cdot 10^{-6}$
14	W	$5,6 \cdot 10^{-6}$	$4,3 \cdot 10^{-5}$	$4,0 \cdot 10^{-5}$
15	Re	$1,3 \cdot 10^{-4}$	$1,6 \cdot 10^{-4}$	$4,5 \cdot 10^{-6}$
16	Au	$3,2 \cdot 10^{-6}$	$4,1 \cdot 10^{-6}$	$3,1 \cdot 10^{-7}$

Тоза уранда НАТнинг икки варианты мажмуаси билан 26 та аралашма элемент  $n \cdot 10^{-5}$  –  $n \cdot 10^{-9}$ % масс. АЧ билан аниқланди (2-жадвал).

**2-жадвал**

**Уранда аралашма элементларни аниқлаш чегаралари**

№	Элемент	АЧ,% масс.	№	Элемент	АЧ,% масс.
1	Na	$5 \cdot 10^{-8}$	14	Cd	$4 \cdot 10^{-6}$
2	K	$2 \cdot 10^{-5}$	15	In	$2 \cdot 10^{-6}$
3	Sc	$3 \cdot 10^{-8}$	16	Sb	$3 \cdot 10^{-7}$
4	Cr	$3 \cdot 10^{-6}$	17	Te	$2 \cdot 10^{-6}$
5	Co	$1 \cdot 10^{-7}$	18	Sm	$7 \cdot 10^{-7}$
6	Fe	$9 \cdot 10^{-5}$	19	Eu	$8 \cdot 10^{-7}$
7	Ni	$1 \cdot 10^{-5}$	20	Gd	$5 \cdot 10^{-6}$
8	Cu	$9 \cdot 10^{-8}$	21	Tb	$4 \cdot 10^{-6}$
9	Zn	$6 \cdot 10^{-6}$	22	Dy	$3 \cdot 10^{-6}$
10	Ga	$1 \cdot 10^{-6}$	23	Hf	$8 \cdot 10^{-7}$
11	As	$4 \cdot 10^{-8}$	24	W	$6 \cdot 10^{-7}$
12	Rb	$1 \cdot 10^{-5}$	25	Re	$4 \cdot 10^{-5}$
13	Ag	$2 \cdot 10^{-6}$	26	Au	$5 \cdot 10^{-9}$

*Ўта тоза теллурнинг ТБФ-НСI системасида матрицани экстракцион-хроматографик ажратиш орқали радиокимёвий НАТу.*

Биз тарафдан олдин ишлаб чиқилган теллурнинг НАТ услубида ТБФ - 9М НСI экстракцион-хроматография системаси қўлланилган. Ўтказилган тажрибаларнинг кўрсатишича, кислотанинг  $C_{НСI} < 9М$  концентрациясида, тақсимланиш коэффициентининг юқорилигига қарамай, колонкадан (n,p)

реакция бўйича матрицадан ҳосил бўладиган сурьма радионуклидларининг ювилиб чиқиши кузатилди. Бунинг сабаби, ҳаттоки 9М дан юқори концентрацияда ҳам содир бўладиган сурьма гидролизи натижасида  $\text{HSbCl}_5$   $\text{OH}$  ва  $\text{HSbCl}_4(\text{OH})_2$ ларнинг сорбцияланмайдиган гидрокомплексларининг ҳосил бўлишидир. Шунингдек, 12М концентрацияли хлорид кислотанинг ишлатилиши, 9М  $\text{HCl}$  элюентланмаган яна бир қатор аралашма элементлар -  $\text{Cd}$ ,  $\text{Hf}$ ,  $\text{Re}$ ,  $\text{Se}$ ,  $\text{Zn}$  ни аниқлаш имконини беради.

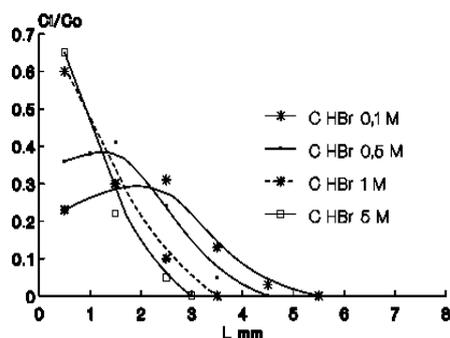
Бунда 20 дан ортик элементларнинг кимёвий чиқиши 80-98%ни ташкил этди. Ўтказилган тажрибалар асосида юқори тозаликдаги теллурнинг РНАА услуби ишлаб чиқилди ва бу 21 аралашма элементларни  $n \cdot 10^{-5}$ - $n \cdot 10^{-9}$ % масс АЧ билан  $S_r$  0,10-0,25 ҳатоликда аниқлаш имконини берди.

*Юқори тозаликдаги индий, галлий ва цирконийнинг радиокимёвий НАА сида экстракцион-хроматографик концентрлаш.* Юқори тозаликдаги индий ва галлий,  $\text{InAs}$ ,  $\text{InSb}$ ,  $\text{InP}$ ,  $\text{InS}$ ,  $\text{GaAs}$ ,  $\text{GaP}$ ,  $\text{GaS}$  каби  $A^{III}B^V$  ва  $A^{III}B^{VI}$  турдаги қатор ярим ўтказгичларни олишда кенг фойдаланилади. Ярим ўтказгич материалларнинг электрофизикавий ва оптик хоссалари уларнинг микроаралашма таркибига боғлиқ. Шунинг учун, таҳлилнинг юқори сезгир усуллари ишлаб чиқиш ва уларнинг микромикдорларини аниқлаш долзарб масала бўлиб қолмоқда.

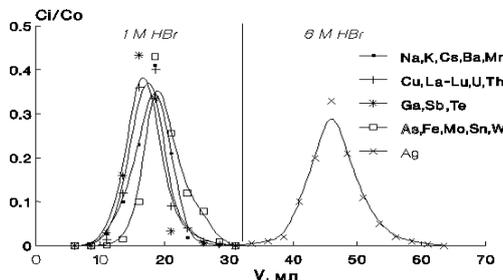
*Индийнинг турли системаларда экстракцион ва экстракцион-хроматографик табиатини ўрганиш.* Адабиётлардан маълумки, индий хлорид кислота эритмаларидан ТБФ, триоктиламин (ТОА), триоктилфосфиноксид (ТОФО) билан яхши экстракцияланади. Д2ЭГФК индийни хлорид кислотанинг, нитрат кислотанинг ҳам кучсиз эритмаларидан экстракциялайди. Биз индийнинг бу системалардаги таксимланиш коэффиценти ( $D_{In}$ ), экстракция тезлиги, сиғими ва селективлигини ўргандик. Ўрганилган системалар ичида энг селективи Д2ЭГФК- $\text{HCl}$  экани аниқланди. 0,1 М  $\text{HCl}$ даги  $D_{In}$   $2,5 \cdot 10^4$  ни ташкил этади, бошқа экстрагентларда эса 100 га тенг. Лекин кислота концентрациясининг ортиши билан Д2ЭГФК даги  $D_{In}$  кескин камайишни бошлайди ва 0,4 М  $\text{HCl}$  даёқ 51, сиғим эса атига 0,23 мг/мл ни ташкил этади. Бундан хулоса қилиб, хлорид кислота эритмаларидан Д2ЭГФК билан экстракцияни индийнинг микромикдорларини аниқлаш учун фойдаланиш мумкин, лекин индийнинг ўзини таҳлил қилиш учун бу услуб экстрагентнинг индий бўйича сиғими жуда кичиклиги туфайли ярамайди. Кейинчалик бу система биз томондан  $A^{II}B^{VI}$  каби мураккаб ярим ўтказгичларни легирлашда ишлатилган индийнинг микромикдорларини аниқлаш учун ишлатилди.

*Индий макромикдорларининг ТБФ- $\text{HBr}$  системасидаги табиатини ўрганиш.* Экстракция ва экстракцион хроматографияда ТБФ- $\text{HBr}$  системасидан кўшимча элементларни матрицадан ажратишда фойдаланиш бўйича кўп бўлмаган адабиётлардан хулоса қилиб айтиш мумкинки, бу система индий НАТида, ажратилаётган ва мос равишда аниқланадиган аралашма элементлар доирасини кенгайтиради. Кўп элементларнинг 0,1 М дан 7 М концентрацияли  $\text{HBr}$  эритмасидан ТБФ билан экстракциясидаги таксимланиш

коэффициентлари аниқланди. HBr нинг кенг диапазондаги концентрацияларида  $D_{In}$  1000 дан ошиқ экани, ва фақат Cd, Ag, Zn, Sn, Au ва Hg сезиларли экстракция бўлиши, шунда ҳам 6 M HBr дан кумушнинг тақсимланиш коэффициенти 2-3гача камайиши ва уни ажратиш олиш мумкинлиги кўрсатилди. Шу билан бирга, Fe, Se, Mo, Ga, Te, Cu, Sb, W, Sc, Cr, Mn, Co, Ni, Zr, Hf, шунингдек барча ишқорий, ишқорий-ер ва тарқоқ-ер элементлари ТБФ билан 0,1 - 1M HBr дан амалда экстракцияланмайди. ТБФ нинг индий бўйича сифими 0,1-7M HBr дан 130 мг/мл дан ортиқни ташкил этади, бу эса макрокомпонентлар экстракциясида муҳим ҳисобланади. HBr нинг турли концентрацияларида индийнинг колонка бўйича тақсимланиш эгрисининг (4-расм), ҳамда аниқланадиган элементларнинг ювилиш эгрисининг (5-расм) кўрсатишича, 1M HBr ни ишлатиш энг оптимал бўлиб чиқди.



4-расм. Индийнинг колонка бўйича тақсимланиш эгриси



5-расм. ТБФ-HBr системасида аниқланаётган элементларнинг ювилиш эгрилари

Бунда  $D_{In}$  4000 ни ташкил этади ва In колонкадаги бошлангич 3 см сорбентида ютилади, 25 дан ортиқ элементларнинг индий макрокомпонентларидан тозалаш фактори  $10^8$  ни ташкил этди ва улар 35-40 мл 1 M HBr эритмасида ювилиб чиқади. Кумуш эса 40 мл 6 M HBr дан навбатдаги элюентлаш билан ажратилди.

Ўтказилган тадқиқотлар асосида юқори тозаликдаги индий 28 та аралашма элементни  $n \cdot 10^{-5}$ - $n \cdot 10^{-9}\%$  масс АЧ билан аниқлаш имконини берадиган РНАТ услуги ишлаб чиқилди. «Киритилди-топилди» усули билан аниқланган кимёвий чиқишлар 88-96% ни,  $S_r \approx 0,15$  ни ташкил қилди.

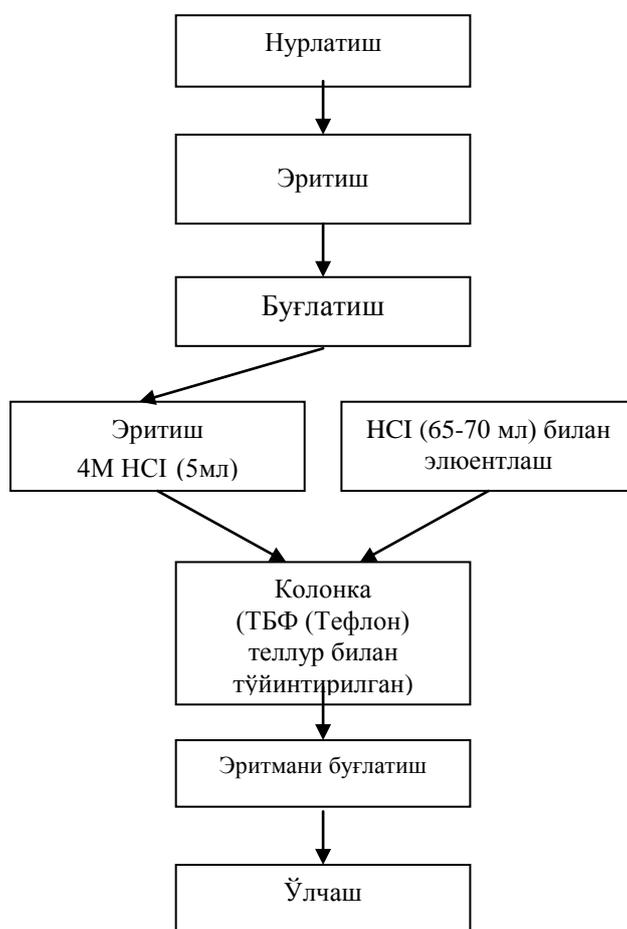
Юқори тозаликдаги галлийнинг радиокимёвий нейтрон-активацион тахлили. Галлийнинг радиокимёвий НАТ варианты аниқланадиган элементлар радионуклидларини  $^{72}\text{Ga}$  дан ажратишни кўзда тутди. Биз томондан галлийнинг ТОФО-НСl, Д2-ЭГФК-НСl ва ТБФ-НСl экстракцион-

хроматография системаларидаги табиати ўрганилди. Тадқиқотларнинг кўрсатишича, галлийнинг юқориқоқ тақсимланиш коэффициентини ва сигими ТБФ-4М HCl системасида кузатилади. Лекин, бундай шароитларда галлий билан бирга 10 дан ортиқ элемент экстракцияланади.

Ажралиш селективлигини яхшилаш учун бу элементлар экстракциясини теллур билан пасайтириш эффекти қўлланилди. Бунинг учун даставвал хроматографик колонка тақсимланиш коэффициентини  $\sim 800$  бўлган теллур билан тўйинтирилди. Бу тақсимланиш коэффициентини 600 дан кам бўлган барча элементлар экстракциясини бостириш ва уларни колонкадан ювиб олиш имконини берди.

Хроматографик колонка баландлиги ва элюат ҳажмини оптималлаштириш учун, колонка бўйлаб матрица радионуклидларининг тақсимланиш эгриси ва аниқланадиган элементларнинг танланган системада ювилиш эгриси ўлчанди. Аралашма ва матрица радионуклидларини самарали ажратиш учун диаметри 1 см ва сорбент қавати баландлиги 6 см бўлган хроматографик колонка етарли эканлиги, аниқланадиган элементларни тўлиқ ювиб олиш учун 70 мл элюат кераклиги аниқланди. Бунда аниқланадиган элементларнинг кимёвий чиқиши 95%ни ташкил қилди.

Ўтказилган тадқиқотлар натижасида махсус тоза галлий таркибидаги 25 та элементни  $n \cdot 10^{-5}$ - $n \cdot 10^{-9}$ % масс. АЧ ва  $S_r$  0,15-0,2 хатолик билан аниқлаш имконини берадиган НАТ услуби ишлаб чиқилди (6-расм, 3-жадвал).



6-расм. Махсус тоза галлийнинг РНАТ схемаси

**Махсус тоза галлий таркибидаги элементларнинг РНАТдаги  
аниқланиш чегараси**

№	Элемент	Аниқлаш чегараси % масс.	№	Элемент	Аниқлаш чегараси % масс.
1.	Ag	$2 \cdot 10^{-6}$	15.	La	$8 \cdot 10^{-8}$
2.	As	$1 \cdot 10^{-7}$	16.	Mo	$3 \cdot 10^{-6}$
3.	Ba	$5 \cdot 10^{-5}$	17.	Na	$6 \cdot 10^{-8}$
4.	Cd	$5 \cdot 10^{-6}$	18.	Ni	$9 \cdot 10^{-5}$
5.	Co	$5 \cdot 10^{-6}$	19.	Rb	$4 \cdot 10^{-5}$
6.	Cr	$3 \cdot 10^{-6}$	20.	Sc	$4 \cdot 10^{-8}$
7.	Cs	$1 \cdot 10^{-6}$	21.	Sm	$2 \cdot 10^{-9}$
8.	Cu	$4 \cdot 10^{-8}$	22.	Sr	$5 \cdot 10^{-5}$
9.	Eu	$4 \cdot 10^{-9}$	23.	Ta	$2 \cdot 10^{-6}$
10.	Gd	$5 \cdot 10^{-7}$	24.	Tb	$7 \cdot 10^{-7}$
11.	Hf	$5 \cdot 10^{-7}$	25.	U	$8 \cdot 10^{-7}$
12.	Ho	$2 \cdot 10^{-6}$	26.	W	$7 \cdot 10^{-7}$
13.	In	$4 \cdot 10^{-6}$	27.	Yb	$5 \cdot 10^{-7}$
14.	K	$3 \cdot 10^{-5}$	28.	Zn	$4 \cdot 10^{-5}$

*Цирконий ва цирконий-ниобий қотишмасининг радиоактив нейтрон-активациявий тахлили.* Цирконий-ниобийли қотишмалар кучли активланадиган асосларга кирмайди. Лекин шунга қарамай, аралашма элементларни юқори сезгирлик билан аниқлаш учун, цирконий ва ниобийдан тозалаш факторлари, мос равишда  $1 \cdot 10^5$  ва  $3 \cdot 10^2$  ни ташкил этади. Шу билан бирга, цирконийнинг йўлдош элементи бўлган ва активланиш кесими 10 барнга тенг гафнийнинг юқори миқдори (0,1-0,5%), миқдори  $n \cdot 10^{-5}$ - $n \cdot 10^{-9}$ % бўлган аралашма элементларни аниқлашга халақит беради. Бу аниқланадиган элементларни цирконий ва гафнийдан  $10^5$ , ниобийдан эса  $10^2$  дан кам бўлмаган тозалаш фактори билан радиоактив ажратиш заруратини талаб қилади.

Бу масалани ечиш учун цирконий, ниобий ва гафнийни 5% ли ТОФО нинг толуолдаги эритмаси ва Д2ЭГФК нинг о-ксиллдаги 0,75 М ли эритмаси билан хлорид кислота эритмаларидан экстракция қилинди. Кўрсатилган системаларда бу элементларнинг экстракциясини ўрганиб, матрица радионуклидларини Д2ЭГФК - 3М HCl системасида ажратиш самаралироқ экани аниқланди. Ўтказилган тажрибалар цирконий ва гафнийнинг тақсимланиш коэффициентлари 1000, ниобийники эса 10 га тенглигини кўрсатди. Бундай шароитда Д2ЭГФКнинг о-ксиллдаги 0,75 М эритмаси цирконий ҳамда гафнийнинг макромикдорларини тўлиқ экстракциялайди, бу экстракция системасининг сиғими эса 70 мг/мл атрофида экани аниқланди. Бошқа элементлар макромикдорларининг тақсимланиш коэффициентларини ўлчаш молибден, иттербий ва темир учун  $D_i$  мос равишда 10, 8, ва 3 эканини кўрсатди, бошқа элементлар учун эса 0,1 дан кам.

Ўтказилаган тадқиқотлар асосида, аниқланадиган ва халақит берадиган элементлар радионуклидларининг Д2ЭГФК-3М НСІ системасида экстракцион-хроматографик ажратиш орқали, цирконий ва цирконий-ниобийлик қотишманинг,  $10^{-5}$ - $10^{-9}$ % масс АЧ ва  $S_r$  0,15-0,2 билан 30дан ортиқ аралашма элементларни аниқлаш имконини берадиган РНАТ услуги ишлаб чиқилди.

*Цирконий ва цирконий-ниобий қотишмасини РНАТ услуги.* Массаси 0,2 г бўлган намуна ядро реактори нейтронлари билан 10 соат давомида нурлантирилди. Нурлатишдан бир кун ўтгач 10 мл  $\text{HF}+\text{HNO}_3$  1:10 нисбатдаги аралашмасида эритилди, сўнгра минимал ҳажмгача буғлантирилди, бир неча марта 2-3 мл конц. НСІ билан ишлов берилди. Қолдиқ 5 мл 3М НСІ да эритилди, эритма хроматографик колонкага қуйилди ва колонкадан 0,7-1 мл/дақ. тезлик билан ўтказилди. Аниқланадиган элементлар худди шундай тезлик билан 40-45 мл 3М НСІ эритмаси билан ювилди. Элюатга 3-5 мл концентрланган  $\text{HNO}_3$  қўшилди, 10-15 мл гача буғлантирилди, ўлчаш учун полиэтилен флаконга ўтказилди ва аниқланаётган элементлар гамма-активлиги гамма-спектрометрда ўлчанди.

Диссертациянинг «**Палладий ва платинанинг матрицани анион-алмашинув хроматографияси усулида ажратиш билан нейтрон-активацион таҳлили**» деб номланган бешинчи боби палладий ва платинанинг макромикдорларини юқори асосли анионит Dowex-1x8 – нитрат кислота эритмалари ион-алмашинув хроматографияси системаси ёрдамида кўп элементли ва юқори сезгир НАТ услуги ишлаб чиқишга бағишланган.

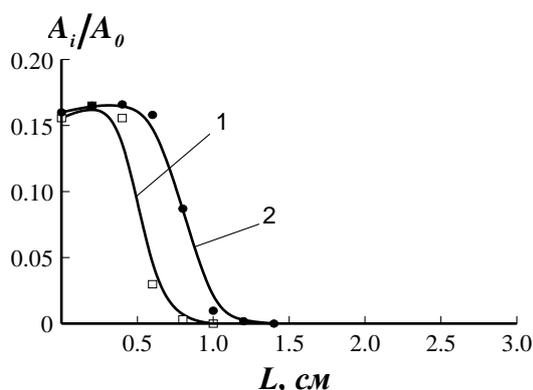
*Палладий ва платинанинг РНАТ ида радионуклидларни матрицадан ажратиши.* Аҳоли ўртасида палладий ва платина асосан заргарлик маҳсулоти сифатида маълум бўлсада, дунёда ишлаб чиқариладиган ушбу металлларнинг катта қисми кимё, автосаноат ҳамда нефт ва газ соҳасида катализатор сифатида қўлланилади. Катализатор сифатида ишлатиладиган металлларга қўйиладиган талаблардан бири уларнинг тозалигидир. Шунинг учун улар таркибидаги микроаралашмаларни аниқлайдиган кўп элементли ва юқори сезгир усуллари ишлаб чиқиш долзарб муаммодир.

Палладий ва платинанинг ядро-физикавий хоссалари, улар нейтрон-активацион таҳлил учун қулайлигини кўрсатади. Аммо уларнинг активланиш кесими унчалик юқори бўлмасада, тозалаш фактори ҳар иккаласи учун ҳам  $10^5$  дан кам бўлмаслиги керак.

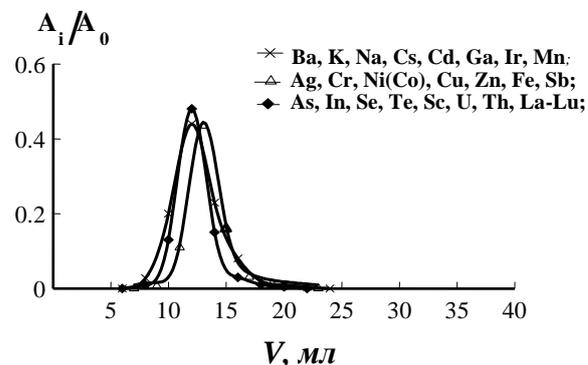
Палладий ва платинани ажратиш олиш учун ЎзР ФА Биоорганик кимё институтида биринчи марта синтез қилинган 2,5-димеркапто-1,3,4-тиадиазол ва 8-бутилтиохинолиннинг алкил ҳосилалари билан экстракцияси ўрганилди. Тажрибалар, платина ва палладий учун юқори тақсимланиш коэффициентларига (1300 гача) эгаллиги ва селективлигига (20 дан ортиқ элемент учун  $D_i$  0,1 дан кичик) қарамай, ушбу реагентларнинг сифими жуда кичик (0,5-1,5 мг/мл) бўлгани сабабли, уларни макромикдорларни ажратиш олиш учун қўллаб бўлмаслигини кўрсатди.

Палладий ва платинанинг макромикдорларини ажратиш учун биз ион-алмашинув хроматографик системасидан фойдаландик. Колонка ўлчами ва

элюат ҳажмини оптималлаштириш учун колонка бўйлаб палладий ҳамда платина макромикдорларининг тақсимланиш эгрилари (7-расм) шунингдек аниқланадиган элементларнинг элюирланиш эгрилари (8-расм) ўлчанди.



7-расм. Pt (1) ва Pd (2) тақсимланиши эгрилари. Сорбент қалинлиги – 5 см, колонка диаметри – 0,7 см



8-расм. Аниқланувчи элементларнинг элюирланиш эгрилари

DOWEX-1x8 – HNO<sub>3</sub> системасини ишлатиб, палладий ва платинанинг РНАТ услуби ишлаб чиқилди. Бунинг ёрдамида 34 та элементни  $10^{-9}\%$  гача АЧ билан аниқлаш мумкин бўлди (4-жадвал).

4-жадвал

**Махсус тоза палладий ва платинанинг радиокимёвий НАТида аралашма элементларнинг аниқланиш чегаралари**

№	Элемент	АЧ, %масс.	№	Элемент	АЧ, %масс.
1	Ag	$6,4 \cdot 10^{-6}$	18	La	$3,1 \cdot 10^{-7}$
2	As	$6,0 \cdot 10^{-7}$	19	Mo	$2,0 \cdot 10^{-6}$
3	Ba	$6,2 \cdot 10^{-5}$	20	Mn	$3,2 \cdot 10^{-5}$
4	Cd	$2,0 \cdot 10^{-6}$	21	Na	$7,2 \cdot 10^{-7}$
5	Ce	$3,0 \cdot 10^{-6}$	22	Ni	$1,5 \cdot 10^{-4}$
6	Co	$5,2 \cdot 10^{-6}$	23	Rb	$4,8 \cdot 10^{-5}$
7	Cr	$1,0 \cdot 10^{-5}$	24	Sb	$5,2 \cdot 10^{-7}$
8	Cs	$7,2 \cdot 10^{-7}$	25	Sc	$5,0 \cdot 10^{-7}$
9	Cu	$1,2 \cdot 10^{-6}$	26	Se	$8,5 \cdot 10^{-6}$
10	Eu	$6,8 \cdot 10^{-9}$	27	Sm	$7,2 \cdot 10^{-9}$
11	Fe	$3,8 \cdot 10^{-4}$	28	Sr	$2,0 \cdot 10^{-4}$
12	Ga	$5,0 \cdot 10^{-6}$	29	Te	$3,1 \cdot 10^{-6}$
13	Gd	$2,0 \cdot 10^{-6}$	30	Tb	$2,5 \cdot 10^{-6}$
14	Ho	$4,2 \cdot 10^{-6}$	31	Th	$3,2 \cdot 10^{-6}$
15	In	$3,0 \cdot 10^{-6}$	32	U	$5,5 \cdot 10^{-7}$
16	Ir	$2,1 \cdot 10^{-6}$	33	Yb	$1,2 \cdot 10^{-6}$
17	K	$4,0 \cdot 10^{-5}$	34	Zn	$7,3 \cdot 10^{-5}$

Диссертациянинг «Технологик материаллар таркибидаги тарқоқ ва нодир металларни аниқлаш» деб номланган олтинчи бобида ишлатилган АПК-2 катализаторидаги палладий микдорини аниқлаш натижалари

келтирилган. АПК-2 (алюминий-палладий катализатори) куйдирилган алюминий оксиди ( $Al_2O_3$ ) асосида тайёрланган бўлиб, таркибида 2% гача метал палладий бор. Ҳар йили Ўзбекистоннинг бир қанча корхоналарида, нитрат кислота ва азот ўғитлари ишлаб чиқарилишида бир неча ўн тонна АПК-2 катализатори ишлатилади. Фойдаланиб бўлингандан сўнг ишлатилган катализатор (ИК) йиғилади ва таркибидаги палладийни ажратиб олиш учун жўнатилади. Палладийни ажратиб олиш қуйидагиларни ўз ичига олади: палладийнинг ИК даги бошланғич миқдорини аниқлаш, майдалаш, палладийни эрититмага ўтказиш, эритмани асосдан ажратиш, палладийни металгача қайтариш ва кейинчалик катализатор сифатида ишлатилиш учун 99,9% гача тозалаш. Палладийнинг бошланғич миқдорини аниқлаш учун гравиметрия, рентгенрадиометрия ва нейтрон-активациявий усуллардан фойдаланилди.

*Палладийни рентгенрадиометрия усулида аниқлаш.* Намуна чинни ховончада этил спирти билан ишқалаб майдаланди, қуритилди ва 200 меш ўлчамли элакдан ўтказилди. 2г элакланган намуна, ости юпқа лавсан пленкадан тайёрланган стаканга солинди ва 50-60 с давомида спектрометрда ўлчанди. Таққослаш намуналарини тайёрлашда Pd ва  $Al_2O_3$  кукуни ховончада ишқалаб яхшилаб аралаштирилди. Таркибида 0,5% дан 7,0% гача палладий тутган таққослаш намуналаридан (5 та намуна) фойдаланиб Pd га хос рентген нурланиши интенсивлигининг унинг миқдорига боғлиқлиги градуировка графиги тузилади. Номаълум намунадаги Pd га хос нурланиш интенсивлигини ўлчаган ҳолда, градуировка графиги ёрдамида осонлик билан унинг миқдорини аниқлаш мумкин бўлди. Катализатордан олинган 5 та параллел олиб борилган анализлар бўйича палладийнинг ўртача миқдори 1,41 % га тенг бўлди. Бу усулда палладийнинг аниқланиш чегараси 0,01 %. Стандарт хатолиги ( $S_r$ ) 0,1 дан кўп эмас.

*АПК-2 нинг ИНАТ усули.* Калка қоғозидан тайёрланган пакетчага 100 мг намуна ва массаси аниқ тортиб олинган (3-5 мг) кукунсимон палладий (эталон сифатида) солинди ва 30 с давомида полиэтилен контейнерда ВВР-СМ ядро реакторининг 9-қуруқ каналида нурлантирилди. Нурлатишдан икки соат ўтгач (ярим емирилиш даври 6-9 дақиқа бўлган алюминий ва нурлатиш пайтида алюминийдан ҳосил бўладиган магний радионуклидлари деярли бутунлай парчаланиб кетади) намуна ва эталон пакетдан чиқарилди ва гамма-спектрометрда ўлчанди. Sr 0,15-0,2 хатолик билан аниқланган палладийнинг миқдори 1,37% ни ташкил қилди. Ушбу усул ёрдамида бир иш кунида 5-7 таҳлил ўтказиш мумкин.

*Ишлатилган АПК-2 катализаторидан палладийни ажратиб олиш услубини ишлаб чиқиш.* Палладийни ИК АПК-2 дан ажратиб олиш усулини ишлаб чиқишда уни эритиш, филтрлаш, эритмадан метал холида қайтариш, метал палладийни филтрлашда чўкмани йириклаштириш, олинган металлнинг тозалиги аниқлаш ва қайта тозалаш босқичлари тадқиқ қилинди. Палладийни эритиш концентрланган  $HNO_3$  да олиб борилди. Тажрибалар 0,3-1 мм гача майдаланган ИК ни 3 соат давомида эритиш муқобил эканини

кўрсатади. Бунда 99% дан ортик палладий эритмага ўтади. Фильтрлаш сув оқимли насосда, юқори зичликка эга «хроматография учун» маркали фильтр қоғози ёрдамида амалга оширилди. Палладийни металлгача қайтаришда гидразин гидрат ишлатилди, бунда аввал кучли кислотали эритмани NaOH қўшиб рН 2 гача нейтралланди, чунки тажрибада аниқландики, янги чўкмага туширилган палладий хатто рН 1 га яқин паст концентрацияли кислоталарда ҳам эрийди. Ушбу шароитларда палладий металл ҳолатида деярли бутунлай чўкмага тушади. Аммо бу шароитларда чўкма темир билан ифлосланади, чунки темир рН 2 да гидролизлана бошлайди, бу эса чўкмани қайта тозалаш заруратини туғдиради. Палладийни қайтарилганда уни фильтрлаш қийин бўлган ўта майда аморф чўкма ҳолида чўкмага тушди. Чўкма филтрни тикилтирди, ҳамда фильтр қоғози ва воронка деворларига ёпишиб қолди. Шу сабабли чўкмани йириклашишига таъсир қилувчи турли факторлар ўрганилди: тузлантирувчилар кўшиш, эритмадаги палладий концентрацияси ва чўкмага тушиш тезлигини назорат қилиш, чўкманинг етилиш ваки ва қиздириш кабилар. Тажрибаларнинг кўрсатишича, энг яхши усул – бу чўкмани эритмани қиздириш ва қайнатиш бўлди. Бунда чўкма зарралари бирлашиб йириклашди, воронка девори ва филтр қоғозга ёпишган чўкма ажралди ва осон филтрланди. Олинган металл палладийнинг таҳлили натижалари кўрсатишича, унинг таркибида 3,2% гача темир, умумий миқдори 1,4 % дан ортадиган Cr, Cu, Ni, Zn борлиги аниқланди. Палладий тозалигини 99,9% гача етказиш учун уни эритиб диметилглиоксим билан қайта чўктирилди. Бунда металл палладий 99,92% тозалик ва 98,2% унум билан чиқди. Ажратиб олинган палладий миқдорининг таҳлили натижалари 6 жадвалда келтирилган.

#### 6-жадвал

#### Палладий намуналарининг диметилглиоксим билан қайта тозалангандан кейинги РНАТ натижалари

№	Элемент	Миқдори ёки АЧ, % масс.	№	Элемент	Миқдори ёки АЧ, % масс.
1	As	$6,2 \cdot 10^{-6}$	15	Mo	$< 8,3 \cdot 10^{-5}$
2	Ce	$< 1,5 \cdot 10^{-5}$	16	Na	$1,3 \cdot 10^{-5}$
3	Co	$2,1 \cdot 10^{-5}$	17	Ni	$1,1 \cdot 10^{-4}$
4	Cr	$3,4 \cdot 10^{-5}$	18	Rb	$< 6,7 \cdot 10^{-4}$
5	Cs	$< 7,0 \cdot 10^{-6}$	19	Sb	$< 4,1 \cdot 10^{-6}$
6	Cu	$5,8 \cdot 10^{-5}$	20	Sc	$< 4,0 \cdot 10^{-5}$
7	Eu	$< 2,4 \cdot 10^{-6}$	21	Se	$< 3,7 \cdot 10^{-4}$
8	Fe	$7,1 \cdot 10^{-2}$	22	Sm	$< 1,0 \cdot 10^{-6}$
9	Ga	$< 5,0 \cdot 10^{-5}$	23	Sr	$< 2,5 \cdot 10^{-3}$
10	Gd	$< 6,0 \cdot 10^{-5}$	24	Tb	$< 2,8 \cdot 10^{-5}$
11	Ho	$< 6,4 \cdot 10^{-5}$	25	Th	$< 6,1 \cdot 10^{-4}$
12	In	$< 3,4 \cdot 10^{-3}$	26	U	$< 2,1 \cdot 10^{-5}$
13	K	$< 4,0 \cdot 10^{-5}$	27	Yb	$< 2,4 \cdot 10^{-4}$
14	La	$< 4,5 \cdot 10^{-6}$	28	Zn	$3,1 \cdot 10^{-5}$

Ишлаб чиқилган усул бўйича массаси 3860 кг бўлган АПК-2 ишлатилган катализаторининг тажриба партиясидан палладийни ажратиб

олинди. Барча асбоб ускуналар «Электрохимпром» ЧИЧБ ремонт – механика заводида, биз томондан тақдим қилинган чизмалар асосида қалинлиги 2,5 мм бўлган титан листларидан ясалди. Ишлатилган АПК-2 ни майдалаш электр-пичоқли ротор тегирмонда олиб борилди. Эритиш учун ҳажми 60 литрли пластик бочкалар ишлатилди, палладийни эритмадан чўктиришда ҳажми 350 л бўлган титан бочкаларидан фойдаланилди. Палладий эришидан сўнг ва уни қайтарилгандан кейинги филтрлаш, ҳажми 100 л титан филтрларда, 2-3 мм симоб устинида вакуум насоси ёрдамида олиб борилди. Катта ҳажмдаги эритмадан палладийни қайтариш учун NaOH билан нейтраллаш ва гидразин гидрат кўшиш вақтида, жуда катта иссиқлик ажралгани учун чўкмани йириклаштиришда кўшимча қизидиришнинг зарурати бўлмади. Олинган палладийнинг қайта тозаланиши юқорида кўрсатилган усул бўйича олиб борилди. Тажриба партиясини қайта ишлаш натижасида 51 кг дан зиёд 99,92% тозаликдаги металл палладий, палладий қораси кўринишида олинди.

*Металлургия саноати чиқинди эритмаларидан осмийни ажратиб олиш тадқиқотлари.* Мис-молибден концентратлардан молибденни ажратиб олиш пайтида ҳосил бўлган сульфат кислотали чиқинди эритмаларда сезиларда даражада осмий борлиги аниқланди. Қимматбаҳо метал ҳисобланган осмийни ёнаки маҳсулот сифатида ажратиб олиш, ишлаб чиқариш рентабеллигини ошириши мумкин.

Эритмалардан осмийни ажратиб олиш учун концентрлашнинг турли усуллари қўлланилади: чўкма тушириш, ион-алмашинув сорбцияси, органик бирикмалар билан экстракция қилиш, дистилляция, электродиализ ва бошқалар. Биз осмийни ажратиб олиш учун дистилляция, экстракция ва экстракцион хроматография усулларини тадқиқ қилдик. Осмийни дистилляция қилиб концентрлаш унинг учувчан VIII валентли оксид ҳосил қилишига асосланган. Шунинг учун максимал ажралишни таъминлаш учун дистилляциядан олдин эритмага турли оксидловчилар қўшилади. 95-100°C да сульфат ва нитрат кислоталарда, оксидловчиларсиз, осмий деярли дистилляцияга учрамади.  $K_2Cr_2O_7$  қўшилганида, сульфат кислотадаги дистилляция 50% дан кам ўтди. 4 M  $HNO_3$  да, хатто оксидловчи бўлмаганида ҳам (102-108°C) осмий 95% дистилляцияга ўтди. Юттирувчи сифатида бир-бирига кетма-кет уланган 10 мл ҳажмли идишлардаги 10% ли КОН эритмаси ишлатилди. Аниқландики, КОН осмийни бутунлай ютади ва иккинчи идишда осмийнинг қолдиқлари ҳам аниқланмади. Ишқор эритмасини нам чўкмаларгача буғлатилганида осмий учиб кетмай кимёвий унуми деярли 100% га тенг ҳолда чўкмада қолди. Бу осмийни кичик ҳажмда ва хатто куруқ ҳолатда концентрлаш имконини берди. Ажралиб чиқишнинг юқори даражаси туфайли лаборатория тадқиқотларида дистилляциянинг кенг қўлланилишига қарамай, кунига ўнлаб тонна эритмани қайта ишлаш керак бўладиган саноат масштабларида бу усул кам қўлланилади. Бу ҳолатда экстракция ва ион-алмашинув усуллари, айниқса хроматографик вариантда, жуда қулай ҳисобланади. Осмийнинг экстракцияси ЎзР ФА Биоорганик кимё институтида синтез қилинган калий О,О-дигексилтиофосфатнинг 0,4%

эритмаси билан 5:1 нисбатда олинган хлороформ-изобутил спирт аралашмасида олиб борилди. Бунда осмийнинг чиқинди эритмаларида экстракция даражаси 96% гача етди. Экстрагентдан осмийни қайта экстракциялаш осмийнинг бутунлай ажралишини таъминлади. Аммо, ушбу реагентларнинг осмийга нисбатан сиғими жуда кичик бўлгани учун уларни лаборатория шароитада таҳлил қилиш мақсадидагина қўллаш мумкин. Осмийни экстракцион хроматографик ажратиш усули ёрдамида ажратиш ТОА-Н<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> ва ТБФ-Н<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> системаларида олиб борилди. Уларнинг қаттиқ фазада экстрагентларини олиш учун экстрагент хўл ва куруқ усулларда тефлон кукунига юттирилди. Амалга оширилган тадқиқотлар натижаларига кўра қуйидаги хулосаларга келиш мумкин:

куруқ усулда тайёрланган ТОА нинг суств сорбциясига қарамай (40%), КОН- билан реэкстракция деярли тўлиқ кетади. 45 мл КОН билан элюация бўлганидан сўнг колонкадан осмийнинг хатто қолдиқлари ҳам аниқланмади; хўл усул ёрдамида тайёрланган ТОА ёрдамида 70-72% осмий ажралди, аммо КОН билан реэкстракция фақат 50%га амалга ошди ва осмийнинг умумий унуми 35-36% ни ташкил қилди. Осмийнинг қолган қисми колонкада қолди. Аммо қаттиқ фазадан экстрагентни ацетон билан ювилиб олинса кимёвий унум 70%гача етиши мумкин.

## ХУЛОСА

**«Ўта соф моддалар ва технологик маҳсулотларнинг нейтрон-активацион таҳлили»** мавзусидаги докторлик диссертацияси бўйича олиб борилган тадқиқотлар натижасида қуйидаги хулосалар тақдим этилади:

1. Инструментал нейтрон-активациявий таҳлилда юқори тезликда ўлчаш пайтида юзага келадиган систематик хатони ҳисобга олиш ва камайтириш усуллари аниқланди. Бу усулнинг қўлланилиши ўта тоза кремнийни ИНАТ усули билан таҳлил қилишда совитиш вақтини камайтириш ҳисобига аралашма элементлар аниқланиш чегарасини, ярим емирилиш даври 3-4 кунгача бўлган радионуклидлар учун 7-12 марта, ураннинг РНАТда эса парачаланиш маҳсулотлари таъсирини пасайтириш ҳисобига 4-6 марта камайтириш имконини берди.

2. Ураннинг макромикдори ва уран парчаланиши натижасида ҳосил бўладиган <sup>239</sup>Np дан 25 элементнинг микромикдорларини ажратиш имконияти кўрсатилди. Бунда ТБФ – 6 М HNO<sub>3</sub> экстракцион-хроматография (ЭХ) системасидан фойдаланилди.

3. Биринчи марта ураннинг микроаралашма таркибини НАТ нинг нурлатишдан олдин концентрлаш ва радиокимёвий вариантларида аниқлаш услублари ишлаб чиқилди. Иккита вариантни бирга ишлатилиши, анализ натижаларига парчаланиш маҳсулотлари таъсирини тўғри ҳисобга олиш ва 26 та аралашма элементларни 10<sup>-5</sup> – 10<sup>-9</sup>% масс. гача микдорларини аниқлаш имконини берди.

4. ТБФ-12М HCl ЭХ системасини ишлатган ҳолда ўта тоза теллурнинг

РНАТ услуги такомиллаштирилди, бу эса аввал ишлаб чиқилган усулга қараганда яна 5 та аралашма элементларни аниқлаш имконини берди.

5. In, Ga ва Zr макромиқдорларини бир қанча элементлар микромиқдорларидан Д2ЭГФК, ТБФ – галогенводород кислота (HCl, HBr) системасида экстракцион ва экстракцион-хроматографик хоссалари чуқур тадқиқ қилинди, бунинг натижасида матрица ва аралашма элементлар радионуклидларини юқори самарадорлик билан ажратишга асосланган In, Ga, Zr ва Zr(Nb) қотишмаларининг РНАТ усуллари ишлаб чиқилди.

6. РНАТ амалиётида биринчи марта ТБФ - 4М HCl ЭХ системасида ажратиб олинадиган элементлар сонини ошириш мақсадида теллурнинг макромиқдорлари томонидан аралашма элементлар микромиқдорлари экстракциясини пасайтириш эффектидан фойдаланилди. Бу ўта тоза галлий таҳлилида юқорида кўрсатилган ЭХ системасида таксимланиш чегараси хаттоки 40 дан 600 гача бўлган W, Mo, Re, In, Ta, Np (U), Sb, Zn, Cd, Fe ва Ag ларни ювиб олиш ва галлий макромиқдорларидан ажратиш имконини берди. Натижада ўта тоза галлий таркибидаги 28 элементни  $n \cdot 10^{-5}$ - $n \cdot 10^{-9}$ % АЧ билан аниқлаш имконини берувчи РНАТ услуги ишлаб чиқилди.

7. Палладий ва платинанинг макромиқдорлари ҳамда 30 дан ортиқ элементлар микромиқдорларининг турли экстракцион, ион-алмашинув, экстракцион- ва ионалмашинув-хроматографияси системалардаги хоссалари чуқур ўрганилди. Кўрсатилдики, нитрат кислота эритмаларидан 8-бутилтиохинолин ва 2,5-дитиооктил-1,3,4-тиадиазол билан экстракциясида таксимланиш коэффициентлари ва селективлиги юқори бўлсада, бу системаларнинг сифими кичик бўлгани сабабли улар палладий ва платинанинг макромиқдорларини ажратиш учун яроқсиз.

8. Кўрсатилдики Dowex-1x8 – HCl ион алмашинув-хроматографик системаси нисбатан селектив ва аниқланадиган элементларнинг микромиқдордаги палладий ва платинани етарли даражада самарали ажралишини таъминлайди. Олинган натижалар асосида биринчи марта палладий ва платина таркибидаги 34 та элементни  $n \cdot 10^{-4}$ - $n \cdot 10^{-9}$ % масс. АЧ билан аниқлаш имконини берувчи РНАТ услуги ишлаб чиқилди.

9. АПК-2 ишлатилган катализатори таркибидаги палладийни ажратиб олиш жараёнида палладийни эритиш, чўктириш, филтрлаш ва қайта тозалашнинг оптимал шароитлари аниқланди. АПК-2 ИК таркибидаги палладийни 98,2% унум билан ажратиб олиш услуги ва ярим-саноат технологияси ишлаб чиқилди. Ишлаб чиқилган технология ёрдамида 3,86 т АПК-2 ИКнинг тажриба партиясидан 99,92% тозалikka эга 51 кг палладийни, палладий қораси кўринишида ажратиб олинди.

10. Мис-молибден саноатининг сульфат кислотали чиқинди эритмалари таркибидаги осмийнинг микромиқдорларини ажратиб олиш имкониятлари ўрганилди. Чиқинди эритмаларда дистилляция усули билан 95% ва экстракцион хроматография усули билан 70% гача осмийни ажратиб олиш имконини берувчи услуги ишлаб чиқилди.

**НАУЧНЫЙ СОВЕТ DSc.27.06.2017. FM/Т.34.01  
ПО ПРИСУЖДЕНИЮ УЧЕНЫХ СТЕПЕНЕЙ ПРИ  
ИНСТИТУТЕ ИОННО-ПЛАЗМЕННЫХ  
И ЛАЗЕРНЫХ ТЕХНОЛОГИЙ**  

---

**ИНСТИТУТ ЯДЕРНОЙ ФИЗИКИ**

**САДИКОВ ИЛХАМ ИСМАИЛОВИЧ**

**НЕЙТРОННО-АКТИВАЦИОННЫЙ АНАЛИЗ ВЫСОКОЧИСТЫХ  
ВЕЩЕСТВ И ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ**

**01.04.01 – Приборы и методы экспериментальной физики**

**АВТОРЕФЕРАТ**  
диссертации доктора (DSc) технических наук

**Ташкент–2018**

**Тема диссертации доктора (Doctor of Science) технических наук зарегистрирована в Высшей аттестационной комиссии при Кабинете Министров Республики Узбекистан за № В.2018.3.DSc.FM.125.**

Диссертация выполнена в Институте ядерной физики Академии наук Республики Узбекистан.

Автореферат диссертации на трех языках (узбекский, русский, английский (резюме)) размещен на веб-странице Научного совета ([www.inp.uz](http://www.inp.uz)) и Информационно-образовательном портале «Ziyonet» ([www.ziyonet.uz](http://www.ziyonet.uz)).

**Научный консультант:** **Юлдашев Бехзод Садилович**  
доктор физико-математических наук, профессор, академик

**Официальные оппоненты:** **Муминов Толиб Мусаевич**  
доктор физико-математических наук, профессор, академик

**Бахрамов Садулла Абдуллаевич**  
доктор физико-математических наук, профессор, академик

**Рахматов Ахмат Зайнутдинович**  
доктор технических наук

**Ведущая организация:** **Самаркандский государственный университет**

Защита диссертации состоится «27» октября 2018 года в 10<sup>00</sup> часов на заседании Научного совета DSc.30.05.2018.FM./Т.65.01 при Институте ионно-плазменных и лазерных технологий (Адрес: 100125, г. Ташкент, ул. Дурмон йули, 33, ИИПиЛТ. Тел.: (+99871) 262-31-69; факс: (+99871) 262-32-54; e-mail: [info@iplt.uz](mailto:info@iplt.uz)).

Диссертация зарегистрирована в Информационно-ресурсном центре Института ионно-плазменных и лазерных технологий (регистрационный номер \_\_\_\_\_), с диссертацией можно ознакомиться в ИРЦ (Адрес: 100125, г. Ташкент, ул. Дурмон йули, 33. Тел.: (+99871) 262-31-69).

Автореферат диссертации разослан «15» октября 2018 г.

(протокол рассылки № \_\_\_\_\_ от «\_\_\_» \_\_\_\_\_ 2018 г.).

**Х.Б. Ашуров**  
председатель Научного совета по присуждению ученых степеней, д.т.н., старший научный сотрудник

**Д.Т. Усманов**  
ученый секретарь Научного совета по присуждению ученых степеней, д.ф.-м.н., старший научный сотрудник

**И. Нуриддинов**  
председатель научного семинара при Научном совете по присуждению ученых степеней, д.ф.-м.н., профессор

## ВВЕДЕНИЕ (аннотация докторской (DSc) диссертации)

**Актуальность и востребованность темы диссертации.** В настоящее время во всем мире получению и исследованию свойств высокочистых веществ уделяется большое внимание. Развитие современных отраслей науки и техники, таких как опто- и микроэлектроника, атомная и космическая технология, прецизионное приборостроение, во многом обусловлено последними достижениями технологии получения высокочистых веществ. Она позволяет получать вещества со сверхнизким содержанием примесей на уровне  $10^{-9}$  % и ниже. Тенденция развития фундаментальных исследований в области физики и химии высокочистых веществ направлена на поиск корреляции «состав–свойство» и получение перспективных материалов с заранее заданными свойствами. Получение таких материалов требует постоянного совершенствования методов исследования их элементного состава. Поэтому методы анализа, применяемые для контроля чистоты этих материалов, должны обеспечивать одновременное определение большого числа элементов на уровне  $10^{-7}$ – $10^{-11}$  % и ниже.

Нейтронно-активационному анализу (НАА) принадлежит особое место среди физических методов определения микропримесного состава высокочистых веществ. Низкие пределы обнаружения (для некоторых элементов рекордно низкие), возможности одновременного определения большого числа примесных элементов из одной пробы (до 45 элементов и больше), отсутствие поправки на контрольный опыт, возможности использования неактивных носителей при отделении следов радионуклидов примесных элементов от матричных обеспечили широкое использование НАА в анализе чистых веществ. Важным преимуществом НАА является также линейная зависимость регистрируемого сигнала от содержания примеси, что обеспечивает высокую правильность результатов и позволяет применять активационный анализ в качестве арбитражного метода. Эти преимущества делают возможным его использование и при определении малых содержаний редких, рассеянных и благородных металлов в различных технологических материалах. Малые содержания определяемых элементов на фоне высоких концентраций других элементов обуславливают проведение высокоэффективных и селективных методов радиохимического разделения и концентрирования.

Узбекистан является одной из ведущих стран мира в производстве урана, золота, меди. В республике также добываются некоторые редкие и рассеянные металлы, такие как W, Mo, Se, In, Cd, Te, а также как сопутствующие металлы Re, Pd, Pt и др. В металлургической и химической промышленности образуются огромные количества производственных отходов, содержащих большое число редких и благородных металлов с довольно высоким содержанием. В связи с этим аналитический контроль чистоты полученных металлов и мониторинг содержания редких металлов, а также разработка технологии их извлечения являются актуальной задачей.

Данная научно-исследовательская работа соответствует задачам, предусмотренным в Указе Президента Республики Узбекистан № УП-4947 «О Стратегии действий по дальнейшему развитию Республики Узбекистан на 2017–2021 гг.» от 2 февраля 2017 года, в Постановлениях Президента Республики Узбекистан № ПП-1442 «О приоритетах развития промышленности Республики Узбекистан в 2011–2015 гг.» от 15 декабря 2010 года, № ПП-2789 «О мерах по дальнейшему совершенствованию деятельности Академии наук, организации, управления и финансирования научно-исследовательской деятельности» от 17 февраля 2017 года, а также в других нормативно-правовых документах, принятых в данной сфере.

**Соответствие исследования приоритетным направлениям развития науки и технологий.** Диссертационное исследование выполнено в соответствии с приоритетным направлением развития науки и технологий в Республике Узбекистан – II. «Энергетика, энерго- и ресурсосбережение».

**Обзор международных научных исследований по теме диссертации.** Исследования по нейтронно-активационному анализу, и в частности по радиохимическому нейтронно-активационному анализу высокочистых веществ, проводятся в ведущих научных центрах мира, таких как Nuclear Science Center at Washington State University, Laboratory of Radiochemistry and Activation Analysis, Neutron Sciences at Oak Ridge National Laboratory, Analytical Chemistry Group at the Missouri University, The University of Texas at Austin (США), Centre National de la Recherche Scientifique (Франция), Delft University of Technology (Нидерланды), Nuclear Physics Institute of the Czech Academy of Sciences (Чехия), Institute for Particle and Nuclear Physics Hungarian Academy of Sciences (Венгрия), Institute of Nuclear Physics and Chemistry (Китай), The Korea Atomic Energy Research Institute (Корейская Республика), Институт геохимии и аналитической химии (ГЕОХИ) РАН им. В.И.Вернадского (Россия), Институт проблем микроэлектроники и особочистых веществ (ИПТМ) РАН (Россия), Государственный научно-исследовательский и проектный институт редкометаллической промышленности (Россия), Институт неорганической химии Сибирского отделения РАН (Россия), Объединенный институт ядерных исследований (Дубна, Россия), Институт ядерных исследований (Украина), Институт ядерной физики (Казахстан).

По разделению макро- и микроколичеств матричных и примесных радионуклидов с использованием инструментального и радиохимического нейтронно-активационного анализа на мировом уровне получен ряд научных результатов, в частности при определении фосфора в германии высокой чистоты впервые на практике РНАА для выделения фосфора в радиохимически чистом виде использован двухкамерный автоклав и доочистка сорбцией на двуокиси олова, что позволило достичь рекордно низкого предела обнаружения фосфора (Институт геохимии и аналитической химии РАН им. В.И.Вернадского, Россия); проведены исследования по использованию компараторного метода для количественного анализа при

НАА и создана усовершенствованная компьютерная программа (Институт геохимии и аналитической химии РАН им. В.И.Вернадского, Россия; Delft University of Technology, Нидерланды); разработаны методики радиохимического нейтронно-активационного анализа (РНАА) высокочистых индия, кадмия, теллура, ртути, полупроводника сложного состава  $Cd_xHg_{1-x}Te$  с разделением макро- и микрокомпонентов с использованием экстракционно-хроматографической системы ТБФ–HCl, HBr, осаждения теллура в виде металла, ионообменно-хроматографического отделения теллура и ртути в системе Dowex-1–HCl (Институт проблем микроэлектроники и особо чистых веществ РАН, Россия); достигнуты наинизшие пределы обнаружения примесных элементов при ИНАА кремния и свинца высокой чистоты с использованием высоких навесок и высокоэффективных гамма-спектрометров (Государственный научно-исследовательский и проектный институт редкометаллической промышленности, Россия).

В настоящее время проводятся исследования по разработке методов нейтронно-активационного анализа высокочистых веществ. В частности, ведутся исследования по следующим приоритетным направлениям: разработка новых, высокоэффективных методов радиохимического отделения микропримесей от матрицы; исследования по снижению пределов обнаружения и повышению точности анализа путем оптимизации основных этапов анализа, по разработке более совершенных программ для использования компараторного метода количественной оценки содержания элементов, автоматической расшифровки и обработки сложных гамма-спектров.

**Степень изученности проблемы.** Определение следовых количеств микропримесей в высокочистых веществах нейтронно-активационным методом возможно только в научных центрах, имеющих ядерные реакторы с высоким потоком нейтронов и современное спектрометрическое оборудование. В настоящее время таких центров в мире не так много.

Ведущими учеными мира, например российскими (Э. Н. Гилберт, И. Г. Юделевич, И. Р. Шелпакова, Ю. В. Яковлев, В. П. Колотов, Н. Н. Догадкин, В. К. Карандашев, С. С. Гражулейне, Ю. А. Карпов, Ю. А. Золотов, М. Н. Шулепников, Т. Т. Киселева, Б. С. Фирсов и др.), выполнен большой объем работ по исследованию микропримесного состава кремния, мышьяка, галлия, германия, олова, кадмия, теллура, свинца и других веществ высокой чистоты, а также различных полупроводников сложного состава с использованием инструментального и радиохимического нейтронно-активационного анализа. При этом для разделения макро- и микроколичеств матричных и примесных радионуклидов применены практически все методы радиохимического разделения, в частности осаждение, дистилляция, экстракция, ионный обмен, хроматография.

Американские ученые (научная группа под руководством Sh. Landsberger) проводят исследования по снижению влияния комптоновского излучения, возникающего от высокоэнергетических гамма-излучений,

которое мешает определению элементов, радионуклиды которых имеют гамма-линии в мягкой части спектра (University of Texas at Austin, США).

В настоящее время метод НАА применяется в основном инструментальном варианте для анализа объектов окружающей среды. Для анализа высокочистых веществ чаще применяются масс-спектрометрические методы, в частности масс-спектрометрия с индуктивно-связанной плазмой. Вместе с тем несмотря на не очень широкое использование НАА при определении ряда элементов в высокочистых веществах имеет преимущества над всеми существующими методами. В связи с этим разработка методик НАА для определения микропримесного состава веществ высокой чистоты является актуальной проблемой.

**Связь диссертационного исследования с планами научно-исследовательских работ.** Диссертационное исследование выполнено в рамках научных проектов Института ядерной физики по темам Ф-2.1.20 «Исследование микропримесного состава и разработка методик ядерно-физических методов анализа особо чистых веществ и определения редких и рассеянных элементов в различных технологических материалах» (2003 – 2007), П-7.21 «Разработка методики извлечения палладия из отработанного катализатора АПК-2» (2003–2005), ФА-А14-Ф060 «Разработка новых высокочувствительных ядерно-физических методик определения тяжелых и редких металлов в природных и технологических материалах» (2009–2011), ФА-Ф2-Ф064+Ф063 «Исследование фазового распределения элементов и их анализ в природных и техногенных системах» (2007–2011); Ф7-ФА-Ф122 «Исследование ядерно-физическими методами комплексообразования благородных и редкоземельных металлов с новыми (фосфор)органическими соединениями» (2012–2016) и международного гранта УНТЦ Uzb-26 «Радиоаналитические методы определения микро- и макрокомпонентного состава высокочистых материалов и проб окружающей среды» (2001–2004).

**Целью исследования** является разработка комплекса методик нейтронно-активационного анализа кремния, галлия, циркония, индия, теллура, палладия, платины, урана высокой чистоты, а также определения редких и рассеянных металлов в техногенных материалах и их извлечения.

**Задачи исследования:**

выявление экстракционного и экстракционно-хроматографического поведения макрокомпонентов Ga, Zr, In, Te, U и микроколичеств более 30 элементов в системах ТБФ–HCl, HBr, HNO<sub>3</sub>;

разработка методики отделения макроколичеств урана и микроколичеств <sup>239</sup>Np более 30 элементов в экстракционно-хроматографической системе ТБФ–HNO<sub>3</sub>;

создание методики анионообменно-хроматографического отделения макроколичеств палладия и платины от более 35 примесных элементов в системе Dowex 1x8–азотная кислота;

разработка комплекса многоэлементных методик инструментального и радиохимического НАА Si, Ga, Zr, Pd, In, Te, Pt и U высокой чистоты;

оптимизация условий осаждения палладия гидразингидратом из кислых растворов, его фильтрации и доочистки;

разработка методики и технологии извлечения металлического палладия из отработанного катализатора АПК-2 с чистотой 99,9%;

создание методики извлечения микроколичеств осмия с использованием методов дистилляции и экстракционной хроматографии в различных системах.

**Объектом исследования** являются высокочистые Si, Ga, Zr, Pd, In, Te, Pt и U, отработанный катализатор АПК-2, сернокислые сбросные растворы медно-молибденового производства и металлический осмий.

**Предметом исследования** являются отделение Ga, Zr, Pd, In, Te, Pt и U от примесных элементов с использованием высокоэффективных методов концентрирования и высокочувствительное нейтронно-активационное определение 20–38 примесных элементов, уменьшение и учет систематической погрешности в гамма-спектрометрии, извлечение палладия и осмия из технологических материалов.

**Методы исследования.** Методы радиохимического разделения, такие как осаждение, дистилляция, экстракция, ионный обмен и хроматография. Изучение поведения элементов проводили методом радиоактивных индикаторов, при измерениях использовали гамма- и рентгенофлуоресцентную спектрометрию.

**Научная новизна исследования** заключается в следующих результатах:

предложены способы снижения и учета систематической погрешности гамма-спектрометрического измерения при высоких скоростях счета в инструментальном варианте НАА высокочистого кремния;

разработаны методики экстракционного и экстракционно-хроматографического отделения макрокомпонентов (галлия, циркония, индия, теллура и урана) от микроколичеств ряда элементов в системах ТБФ–HCl, ТБФ–HBr, ТБФ–HNO<sub>3</sub>, Д2ЭГФК–HCl, Д2ЭГФК–HNO<sub>3</sub>;

впервые разработаны методики нейтронно-активационного анализа урана в комбинации двух вариантов – радиохимического и с предварительным концентрированием, которое позволило корректно учитывать влияние осколков деления на результаты анализа;

разработаны методики радиохимического нейтронно-активационного анализа палладия и платины, позволяющие определять 34 элемента с пределом обнаружения  $n \cdot 10^{-4}$  –  $n \cdot 10^{-9}$  мас.%;

установлены оптимальные условия осаждения палладия гидразингидратом из кислых растворов, позволяющие извлекать палладий до 98,2%, и метод доочистки до чистоты 99,92%;

подобраны условия извлечения осмия из сернокислых сбросных растворов до 95 % методом дистилляции и до 72 % экстракционной хроматографией.

**Практические результаты исследования** заключаются в следующем:

разработан метод использования эффекта подавления экстракции микроколичеств более 10 элементов макроколичеством теллура, в экстракционно-хроматографической системе ТБФ–НСI, для увеличения круга определяемых элементов при РНАА галлия высокой чистоты;

разработан комплекс многоэлементных методик инструментального и радиохимического нейтронно-активационного анализа Si, Ga, Zr, Pd, In, Te, Pt и U;

разработаны методики извлечения палладия и осмия из техногенных материалов.

**Достоверность полученных результатов** обосновывается использованием стандартных материалов состава высокочистого кремния, полученного в Институте высокочистых веществ РАН и аттестованного на основе результатов 8 известных аналитических лабораторий мира, с номером Государственного реестра №5920-91 при расчетах содержаний элементов после гамма-спектрометрических и рентгенофлуоресцентных измерений.

**Научная и практическая значимость результатов исследования.** Научная значимость результатов исследования определяется решением актуальных задач по созданию новых материалов для различных отраслей экономики и разработке новых ресурсосберегающих технологий. Для решения этих задач впервые показана возможность использования подавления экстракции микроколичеств элементов макроколичеством другого элемента для увеличения селективности разделения элементов, разработан комплекс высокочувствительных и многоэлементных методик инструментального и радиохимического НАА Si, Ga, Zr, Pd, In, Te, Pt и U высокой чистоты, позволяющих определять от 25 до 34 примесных элементов с пределом обнаружения  $n \cdot 10^{-4}$  –  $n \cdot 10^{-13}$  % мас. при  $s_r$  0,15–0,25.

Практическая значимость результатов исследований заключается в том, что разработанные методики использованы при выполнении контракта между ЗАО «Пиллар» и ИЯФ АН РУз на проведение ИНАА кремния высокой чистоты, для анализа галлия высокой чистоты, для изготовления циклотронных мишеней при получении радионуклида  $^{68}\text{Ge}$  (ООО «Тезлатгич»), для аналитического контроля и определения чистоты конечного продукта при производстве теллура высокой чистоты в ИЯФ АН РУз, а также извлечения 51 кг чистого металлического палладия из 3,86 т отработанного катализатора АПК-2 (ЧПО «Электрохимпром»).

**Внедрение результатов исследований.** На основе полученных научных результатов по нейтронно-активационному анализу высокочистых веществ:

разработанная методика радиохимического нейтронно-активационного анализа галлия высокой чистоты использована в ООО «Тезлатгич» при изготовлении циклотронных мишеней для получения радионуклида германий-68 (Письмо ООО «Тезлатгич» № 249/1 от 11 мая 2018 г.). Использование разработанной методики позволило получить 0,1 Ки

германия-68 стоимостью 120000 долларов США за 1 Ки, тем самым увеличить объем экспортной продукции;

разработанная методика радиохимического нейтронно-активационного анализа галлия высокой чистоты использована в ООО «Тезлатгич» при изготовлении циклотронных мишеней для получения радионуклидного генератора  $^{68}\text{Ge}/^{68}\text{Ga}$  (Письмо ООО «Тезлатгич» № 249/1 от 11 мая 2018 г.). Использование разработанной методики позволило создать опытную модель радионуклидного генератора  $^{68}\text{Ge}/^{68}\text{Ga}$ ;

разработанная методика радиохимического нейтронно-активационного анализа теллура высокой чистоты была использована при разработке технологии получения, аналитическом контроле этапов производства, а также для определения чистоты исходного материала (технический теллур чистотой 95-96 %) и конечного продукта – высокочистого теллура (чистота 99,999 %) в Институте ядерной физики АН РУз (Письмо Академии наук Республики Узбекистан №2/1255-2049 от 02.08.2018 г.). Использование разработанной методики позволило провести более 120 анализов и получить более 200 кг теллура высокой чистоты со стоимостью 200–220 долларов США за 1 кг, что позволит увеличить экспортный потенциал института;

разработанный комплекс многоэлементных методик инструментального и радиохимического нейтронно-активационного анализа использован для определения коэффициентов распределения в водной среде радионуклидов и тяжелых металлов в силикатных сорбентах в рамках прикладного проекта ФА-А12-Ф009 «Разработка технологии получения селективных сорбентов на основе силикатных материалов для выделения радионуклидов и тяжелых металлов из водных сред» (2015-2017) (Письмо Академии наук Республики Узбекистан №2/1255-2049 от 02.08.2018 г.). Использование разработанных методик позволило определить область применения полученных сорбентов, типов тяжелых металлов и радионуклидов и эффективность их разделения.

**Апробация работы.** Результаты данных исследований прошли обсуждение на 10 международных и республиканских конференциях.

**Опубликованность результатов.** По теме диссертации опубликованы 33 научные работы, в том числе 11 научных статей, из них 8 в зарубежных научных журналах, рекомендованных Высшей аттестационной комиссией Республики Узбекистан для публикаций основных научных результатов докторских диссертаций.

**Структура и объем диссертации.** Диссертация состоит из введения, шести глав, заключения, списка литературы. Общий объем диссертации составляет 143 страницы.

## ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ ДИССЕРТАЦИИ

Во введении обоснованы актуальность и востребованность темы диссертации, сформулированы цели и задачи, выявлены объект, предмет и методы исследования, изложена научная новизна, обоснована достоверность полученных результатов, раскрыта их теоретическая и практическая значимость, приведены краткие сведения о внедрении результатов и апробации работы, а также о структуре диссертации.

В первой главе диссертации «**Современное состояние методов анализа высокочистых веществ**» проведен обзор современного состояния аналитической химии высокочистых веществ для определения места нейтронно-активационного анализа среди высокочувствительных и многоэлементных методов анализа, применяемых в этой области. Показаны особенности НАА, преимущества и недостатки трех вариантов этого метода (инструментального, радиохимического и с предварительным концентрированием до облучения) и рассмотрены области их использования. Приведены особые требования к методам концентрирования, предъявляемые при радиохимическом НАА высокочистых веществ. Приведен обзор современного состояния методов анализа урана, палладия, платины, циркония, галлия и индия высокой чистоты. В заключении к главе сформулированы основные направления исследований и задачи, которые необходимо решить для достижения целей, поставленных в диссертации.

Во второй главе диссертации «**Техника эксперимента**» подробно описываются методики исследования. Исследование поведения элементов при разработке методов концентрирования проводилось методом радиоактивных индикаторов. Радиоактивные индикаторы получали облучением соответствующих металлов, их оксидов или солей нейтронами ядерного реактора.

Облучение проводилось в вертикальных каналах исследовательского ядерного реактора ВВР-СМ ИЯФ АН РУз плотностью потока нейтронов  $(0,8-1,2) \cdot 10^{14}$  нейт./см<sup>2</sup>·с в течение от 30 с до 150 ч.

Измерения активности радионуклидов проводились на гамма-спектрометре, состоящем из детектора с кристаллом из высокочистого германия (фирмы Canberra, США, энергетическое разрешение 1,7 кэВ по линии 1332,5 кэВ, относительная эффективность регистрации для линии 1332,5 кэВ 20 %, отношение пик: комптон 44:1), многоканального анализатора DSA-1000 (Canberra, США). Спектральную информацию обрабатывали с помощью программы Genie-2000.

Измерение активности жидких проб проводилось в стандартных полиэтиленовых флаконах. Объемы проб при относительных измерениях были одинаковыми для обеспечения однотипной геометрии измерения.

Исследование поведения элементов при экстракционном и ионообменном разделении проводилось при комнатной температуре в стеклянных пробирках с притертой пробкой объемом 20–25 мл. При

определении коэффициентов распределения в пробирки вносили по 5 мл раствора нужной кислоты соответствующей концентрации, содержащего радионуклиды исследуемых элементов, добавляли 5 мл экстрагента или 1 г ионообменной смолы и перемешивали смесь в течение 5–30 мин. После разделения фаз отбирали аликвоты и измеряли гамма-активность.

Экстракционная хроматография проводилась в следующих системах: ТБФ– $\text{HNO}_3$ , ТБФ– $\text{HCl}$ , ТБФ– $\text{HBr}$ , ТБФ– $\text{H}_2\text{SO}_4$ , ТОА– $\text{H}_2\text{SO}_4$ , ТОФО– $\text{H}_2\text{SO}_4$ , Д2ЭГФК– $\text{HCl}$ , Д2ЭГФК– $\text{HNO}_3$ , Д2ЭГФК– $\text{H}_2\text{SO}_4$ . Твердофазный экстрагент готовился нанесением соответствующих экстрагентов на тефлоновый порошок. Ионообменная хроматография проводилась в системах Dowex-1x8– $\text{HCl}$ ,  $\text{HNO}_3$ ,  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ,  $\text{H}_3\text{PO}_4$ . Для хроматографии использовались стеклянные хроматографические колонки (внутренний диаметр 0,7 см, высота 25 см, неподвижную фазу заполняли суспензионным методом). Скорость элюирования составляла 0,7–1 мл/мин. Для изучения распределения макрокомпонентов по длине хроматографической колонки последовательно измерялась гамма-активность узких зон на полупроводниковом детекторе, окруженном защитой из стандартных свинцовых кирпичей толщиной 5 см, с коллиматором шириной 0,5 см. Для изучения кривых элюирования микрокомпонентов элюат собирался в отдельные фракции по 1 мл в пластиковые флаконы, измерялась гамма-активность исследуемых радионуклидов в каждой фракции и составлялся график отношения  $C_0/C_i$  (гамма-активности радионуклида в каждой фракции  $C_i$  к его суммарной гамма активности  $C_0$ ) к объему элюата.

В третьей главе диссертации **«Инструментальный нейтронно-активационный анализ кремния высокой чистоты»** описывается инструментальный (не деструктивный) вариант нейтронно-активационного определения примесных элементов, который возможен в случае, если радионуклиды основы не создают существенных помех при измерении активности примесных радионуклидов. Кремний высокой чистоты является одним из самых удобных для ИНАА материалов. Малое сечение активации (0,1 барн), небольшой период полураспада матричного радионуклида  $^{31}\text{Si}$  (2,62 ч), низкий выход гамма-кванта (0,007 %) создают идеальные условия для определения микропримесного состава высокочистого кремния нейтронно-активационным анализом в инструментальном варианте.

В известных работах для получения низких пределов определения авторы облучали в течение 50 ч до 1500 г образца. При этом по интерферирующим реакциям образуется  $^{24}\text{Na}$  с довольно значительной активностью, которая приводит к высоким систематическим погрешностям измерения. В связи с этим измерение гамма-активности начинают через 3-4 суток после облучения.

Нами для ИНАА кремния высокой чистоты были использованы образцы массой от 0,5 до 5 г. Образцы облучали в вертикальном канале ядерного реактора ВВР-СМ плотностью потока нейтронов  $1 \cdot 10^{14}$  нейт./см<sup>2</sup>·с в течение 50 – 150 ч. Для уменьшения и учета систематической погрешности

измерения при высоких скоростях счета использовали разработанную нами методику измерения гамма-активности, позволяющую повысить пропускную способность спектрометрического тракта и снизить систематическую погрешность измерения. Это позволило уменьшить время остывания до 1 сутки и определить в кремнии высокой чистоты более 40 элементов с ПО  $n \cdot 10^{-8}$  –  $n \cdot 10^{-13}$  % мас.

В четвертой главе диссертации «**Использование экстракционного и экстракционно-хроматографического метода концентрирования при нейтронно-активационном анализе особо чистых веществ**» рассмотрены экстракция и экстракционная хроматография, которые являются одними из самых широко применяемых методов концентрирования в практике радиохимического разделения матричных и примесных радионуклидов. В качестве экстрагента используются различные экстрагенты, среди которых особенно широко применяется трибутилфосфат, как универсальный экстрагент. В наших исследованиях ТБФ использовали для отделения макроколичеств урана, индия, галлия от микроколичеств определяемых элементов из растворов различных минеральных кислот, а также Д2-ЭГФК для отделения макроколичеств циркония, гафния и ниобия.

*Радиохимический нейтронно-активационный анализ урана особой чистоты.* Анализ литературных данных показал, что работы по нейтронно-активационному анализу урана практически отсутствуют. Причиной тому может быть то, что при облучении урана нейтронами ядерного реактора в качестве осколков деления образуется ряд радионуклидов с очень высокой удельной активностью, корректный учет влияния которых на результаты анализа достаточно сложен. К тому же при облучении урана нейтронами ядерного реактора основная активность образца обусловлена активностью  $^{239}\text{Np}$ , который образуется по бета-распаду от  $^{239}\text{U}$ . В литературе работ по отделению  $^{239}\text{Np}$  также крайне мало. Вместе с тем потенциальные возможности НАА позволяют определять в уране более 20 примесных элементов с довольно низкими ПО.

В связи с этим нами разработаны методики НАА урана с использованием двух вариантов анализа – с предварительным концентрированием и радиохимического.

Эксперименты показали, что наиболее эффективно нептуний экстрагируется в системе ТБФ–HCl. Однако эта система не селективна, и вместе с ураном отделяются более 10 элементов, что уменьшает круг определяемых элементов. Более селективна экстракционно-хроматографическая система ТБФ–6 М HNO<sub>3</sub> ( $D_{\text{Np}} = 110$ , а  $D_i$  более 25 элементов – меньше 10).

Измерение профиля распределения нептуния по длине колонки показало, что при диаметре колонки 10–12 мм основная часть нептуния сорбируется в первых 4-5 см с довольно широким пиком без плато (рис. 1).

Это, вероятно, вызвано тем, что макроколичество урана ( $D_U \approx 300$ ) подавляет экстракцию микроколичеств нептуния. Из данных рис. 1 видно,

что для полного удержания нептуния в колонке необходим слой сорбента высотой не менее 7 см, а объем элюата для полного вымывания микроколичеств отделяемых элементов составляет 60 мл (рис. 2).

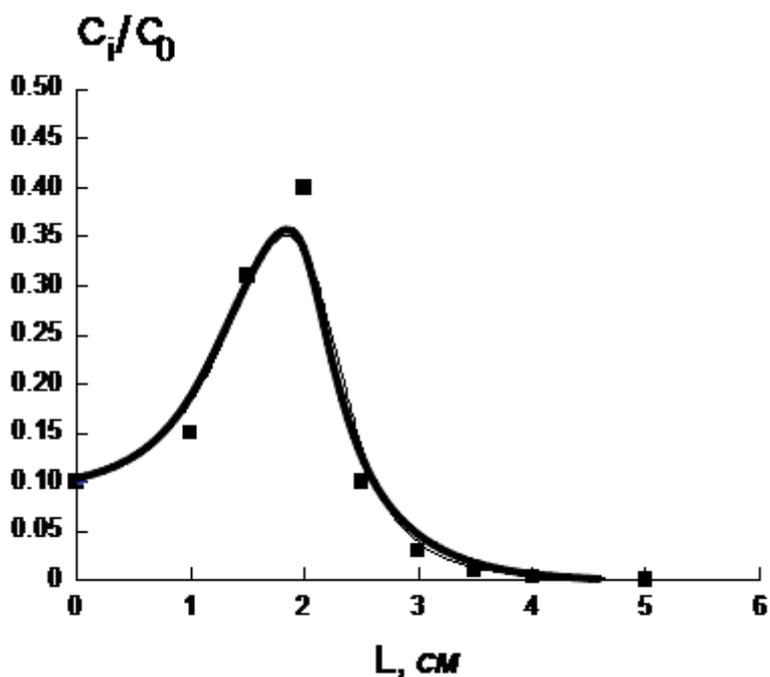


Рис. 1. Профиль распределения нептуния по длине хроматографической колонки

Химические выходы определяемых элементов составили 92–98 %. Сравнение двух спектров, приведенных на рис. 3, показывает преимущество радиохимического разделения.

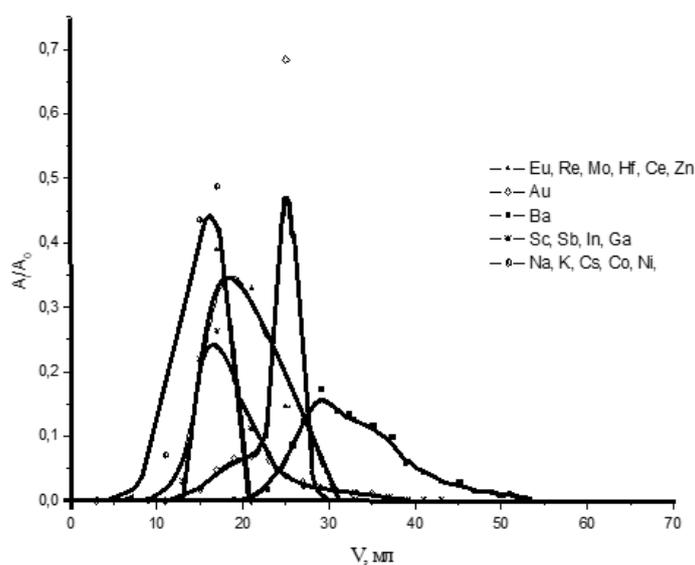


Рис. 2. Кривые элюирования определяемых элементов в системе ТБФ–6 М  $HNO_3$

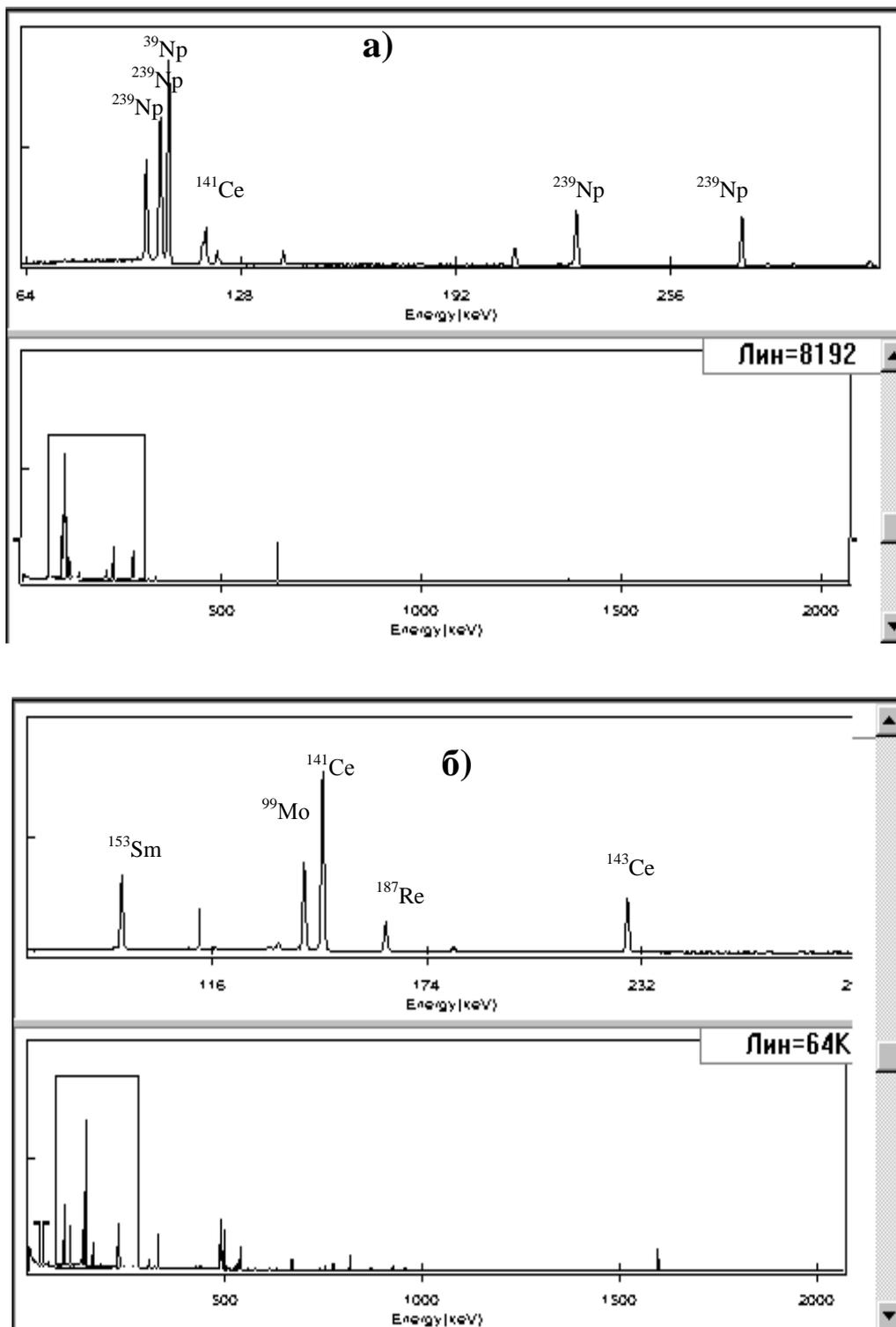


Рис. 3. Спектр образца урана до радиохимического отделения матрицы (а) и после ее отделения (б)

Как видно из рис. 3, а, до проведения радиохимического отделения в спектре в основном видны гамма-линии  $^{239}\text{Np}$ . После радиохимического отделения  $^{239}\text{Np}$  этих пиков практически не видно, однако в мягкой области спектра преобладают гамма-линии осколков деления урана ( $^{99}\text{Mo}$ ,  $^{141}\text{Ce}$ ,  $^{134,137}\text{Cs}$ ). Поэтому для оценки влияния продуктов деления на результаты анализа проводили анализ того же образца в варианте предварительного

концентрирования, до облучения (НААПК). Сравнение результатов анализов, проведенных в двух вариантах, показано в табл. 1.

**Таблица 1**

**Сравнение результатов определения некоторых элементов в вариантах РНАА и НААПК**

№	Элемент	РНАА	НААПК	Контрольный опыт
1	Na	$2,0 \cdot 10^{-5}$	$4,2 \cdot 10^{-2}$	$4,0 \cdot 10^{-2}$
2	K	$1,1 \cdot 10^{-5}$	$2,5 \cdot 10^{-3}$	$2,7 \cdot 10^{-3}$
3	Sc	$3,2 \cdot 10^{-6}$	$5,4 \cdot 10^{-5}$	$5,4 \cdot 10^{-5}$
4	Cr	$3,1 \cdot 10^{-5}$	$2,2 \cdot 10^{-4}$	$2,0 \cdot 10^{-4}$
5	Fe	$6,9 \cdot 10^{-3}$	$2,1 \cdot 10^{-2}$	$2,3 \cdot 10^{-2}$
6	Ga	$3,2 \cdot 10^{-5}$	$4,2 \cdot 10^{-5}$	$8,2 \cdot 10^{-6}$
7	Mo	1,2	$3,4 \cdot 10^{-4}$	$2,5 \cdot 10^{-5}$
8	Cs	0,6	$4,1 \cdot 10^{-5}$	$2,0 \cdot 10^{-5}$
9	Ce	5,3	$1,2 \cdot 10^{-4}$	$2,4 \cdot 10^{-5}$
10	Sm	$3,6 \cdot 10^{-5}$	$4,1 \cdot 10^{-5}$	$2,6 \cdot 10^{-7}$
11	Eu	$1,4 \cdot 10^{-6}$	$2,0 \cdot 10^{-6}$	$1,2 \cdot 10^{-7}$
12	Gd	$1,5 \cdot 10^{-5}$	$1,8 \cdot 10^{-5}$	$6,3 \cdot 10^{-6}$
13	Tb	$1,4 \cdot 10^{-5}$	$6,0 \cdot 10^{-6}$	$5,7 \cdot 10^{-6}$
14	W	$5,6 \cdot 10^{-6}$	$4,3 \cdot 10^{-5}$	$4,0 \cdot 10^{-5}$
15	Re	$1,3 \cdot 10^{-4}$	$1,6 \cdot 10^{-4}$	$4,5 \cdot 10^{-6}$
16	Au	$3,2 \cdot 10^{-6}$	$4,1 \cdot 10^{-6}$	$3,1 \cdot 10^{-7}$

Комбинацией двух вариантов НАА в чистом уране определено 26 примесных элемента с пределами определения  $n \cdot 10^{-5}$  –  $n \cdot 10^{-9}$  мас.% (табл. 2).

**Таблица 2**

**Пределы определения примесных элементов в уране**

№	Элемент	ПО, мас.%	№	Элемент	ПО, мас.%
1	Na	$5 \cdot 10^{-8}$	14	Cd	$4 \cdot 10^{-6}$
2	K	$2 \cdot 10^{-5}$	15	In	$2 \cdot 10^{-6}$
3	Sc	$3 \cdot 10^{-8}$	16	Sb	$3 \cdot 10^{-7}$
4	Cr	$3 \cdot 10^{-6}$	17	Te	$2 \cdot 10^{-6}$
5	Co	$1 \cdot 10^{-7}$	18	Sm	$7 \cdot 10^{-7}$
6	Fe	$9 \cdot 10^{-5}$	19	Eu	$8 \cdot 10^{-7}$
7	Ni	$1 \cdot 10^{-5}$	20	Gd	$5 \cdot 10^{-6}$
8	Cu	$9 \cdot 10^{-8}$	21	Tb	$4 \cdot 10^{-6}$
9	Zn	$6 \cdot 10^{-6}$	22	Dy	$3 \cdot 10^{-6}$
10	Ga	$1 \cdot 10^{-6}$	23	Hf	$8 \cdot 10^{-7}$
11	As	$4 \cdot 10^{-8}$	24	W	$6 \cdot 10^{-7}$
12	Rb	$1 \cdot 10^{-5}$	25	Re	$4 \cdot 10^{-5}$
13	Ag	$2 \cdot 10^{-6}$	26	Au	$5 \cdot 10^{-9}$

*Радиохимический НАА теллура высокой чистоты с экстракционно-хроматографическим отделением матрицы в системе ТБФ–НСI. В ранее разработанных нами методиках НАА теллура была использована*

экстракционно-хроматографическая система ТБФ–9 М НСl. Проведенные эксперименты показали, что при концентрации кислоты  $C_{\text{НСl}} < 9 \text{ М}$ , несмотря на высокий коэффициент распределения, из колонки происходит элюирование радионуклидов сурьмы, образующихся по (n, p) реакциям из матрицы. Причиной этого является образование несорбирующихся гидросокомплексов  $\text{HSbCl}_5\text{OH}$  и  $\text{HSbCl}_4(\text{OH})_2$  в результате гидролиза сурьмы, который начинается даже при концентрации кислоты более 9 М.

Также было установлено, что использование хлористоводородной кислоты концентрацией 12 М позволяет отделить примеси еще ряда элементов – Cd, Hf, Re, Se, Zn, которые не элюируются при концентрации НСl 9М.

Химические выходы более 20 элементов составили 80–98%. На основании проведенных исследований разработана методика РНАА теллура высокой чистоты, позволяющая определять 21 примесный элемент с ПО  $n \cdot 10^5$ – $n \cdot 10^9$  мас.% с  $S_r$  0,10–0,25.

*Экстракционно-хроматографическое концентрирование в радиохимическом НАА индия, галлия и циркония особой чистоты.* Индий и галлий особой чистоты широко используются для получения ряда полупроводников типа  $A^{III}B^V$  и  $A^{III}B^{VI}$ , таких как InAs, InSb, InP, InS, GaAs, GaP, GaS. Электрофизические оптические свойства полупроводниковых материалов сильно зависят от их микропримесного состава. Поэтому разработка высокочувствительных методов анализа и определения их микроколичеств является актуальной задачей.

*Исследование экстракционного и экстракционно-хроматографического поведения индия в различных системах.* Согласно литературным данным, индий хорошо экстрагируется из солянокислых растворов трибутилфосфатом (ТБФ), триоктиламином (ТОВА), триоктилфосфиноксидом (ТОФО). Ди-(2-этилгексил)-фосфорная кислота (Д2ЭГФК) экстрагирует индий из слабых растворов как соляной, так и азотной кислоты. Нами были исследованы коэффициент распределения ( $D_{\text{In}}$ ), скорость, емкость и селективность экстракции индия в данных системах. Показано, что самой селективной среди изученных систем является система Д2ЭГФК–НСl. Так,  $D_{\text{In}}$  из 0,1 М НСl составляет  $2,5 \cdot 10^4$ , тогда как в других экстрагентах он составляет всего 100. Однако с увеличением концентрации кислоты  $D_{\text{In}}$  с Д2ЭГФК начинает резко уменьшаться и уже при 0,4 М НСl составляет 51, а емкость всего 0,23 мг/мл. Исходя из этого, пришли к выводу, что экстракцию с Д2ЭГФК из солянокислых растворов можно использовать для определения микроколичеств индия, а для анализа самого индия эта система непригодна из-за маленькой емкости экстрагента по индию. В дальнейшем данная система использована нами для определения микроколичеств индия, примененного в качестве легирующего компонента в сложных полупроводниках типа  $A^{II}B^{VI}$ .

*Исследование поведения макроколичества индия в системе ТБФ–HBr.* Немногочисленные данные по экстракции и экстракционной хроматографии

позволяют предположить, что использование системы ТБФ–HBr для отделения примесных элементов от матричных при НАА индия расширит круг отделяемых и соответственно определяемых примесных элементов. Нами были определены коэффициенты распределения многих элементов при их экстракции ТБФ из растворов HBr концентрацией от 0,1 М до 7 М. Установлено, что  $D_{in}$  во всем диапазоне концентраций HBr превышает 1000 и лишь Cd, Ag, Zn, Sn, Au и Hg заметно экстрагируются, однако из 6 М HBr коэффициент распределения серебра уменьшается до 2-3, и Ag может быть отделен. Вместе с тем Fe, Se, Mo, Ga, Te, Cu, Sb, W, Sc, Cr, Mn, Co, Ni, Zr, Hf, а также все щелочные, щелочноземельные и редкоземельные элементы практически не экстрагируются ТБФ из 0,1–1 М HBr. Емкость ТБФ по индию из 0,1–7 М HBr составляет более 130 мг/мл, что немаловажно при экстракции макрокомпонента. Измерение профиля распределения индия по колонке при различных концентрациях HBr показало, что оптимальным является использование 1 М HBr. При этом  $D_{in}$  составляет 4000 и In сорбируется в первых 3 см колонки (рис. 4). Фактор очистки 25–30 элементов от макроколичеств индия составил  $10^8$ . Измерением кривых элюирования определяемых элементов установили, что для полного их элюирования необходимо 35–40 мл 1 М HBr. Серебро отделяли последующим элюированием 40 мл 6 М HBr (рис. 5).

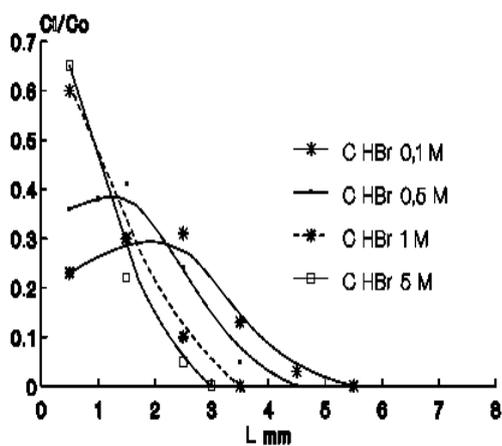


Рис. 4. Профиль распределения индия по длине колонки

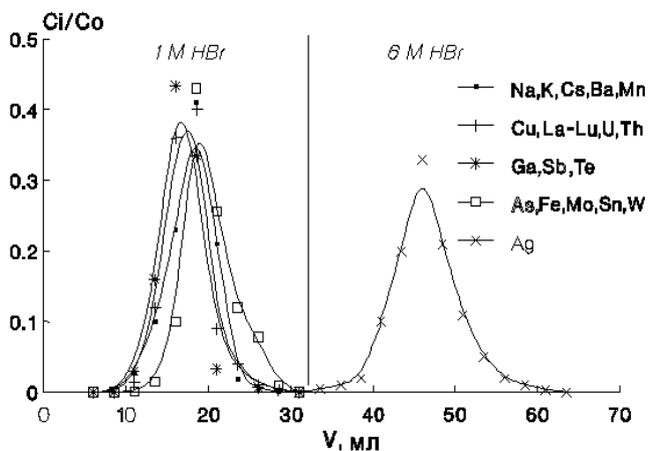


Рис. 5. Кривые элюирования определяемых элементов в системе ТБФ–1 М HBr

На основании проведенных исследований была разработана методика РНАА индия высокой чистоты, позволяющая определять 28 примесных элементов с пределами обнаружения  $n \cdot 10^{-5}$ – $n \cdot 10^{-9}$  мас.%. Химические выходы, установленные методом «введено-найдено», составляют 88–96 % при  $S_r \approx 0,15$ .

*Радиохимический нейтронно-активационный анализ галлия особой чистоты.* Радиохимический вариант НАА галлия предусматривает

отделение радионуклидов определяемых элементов от  $^{72}\text{Ga}$ . Нами изучено поведение галлия в экстракционно-хроматографических системах ТОФО– $\text{HCl}$ , Д2-ЭГФК– $\text{HCl}$  и ТБФ– $\text{HCl}$ . Исследования показали, что более высокий коэффициент распределения и емкость по галлию достигается в системе ТБФ–4М $\text{HCl}$ . Однако в этих условиях вместе с галлием экстрагируются более 10 элементов. Для улучшения селективности разделения использовали эффект подавления экстракции этих элементов теллуром. Для этого хроматографическую колонку предварительно насытили теллуром, коэффициент распределения которого  $\sim 800$ . Это позволяет подавить экстракцию всех элементов с коэффициентом распределения меньше 600 и элюировать их из колонки.

Для оптимизации размеров хроматографической колонки и объема элюата измерены профиль распределения матричных радионуклидов по длине колонки и кривые элюирования определяемых элементов в выбранной системе. Установлено, что для эффективного разделения примесных и матричных радионуклидов достаточно хроматографической колонки диаметром 1 см и высотой слоя сорбента 6 см, а для полного элюирования определяемых элементов необходимо 70 мл элюата. При этом химические выходы определяемых элементов составляют более 95 %.

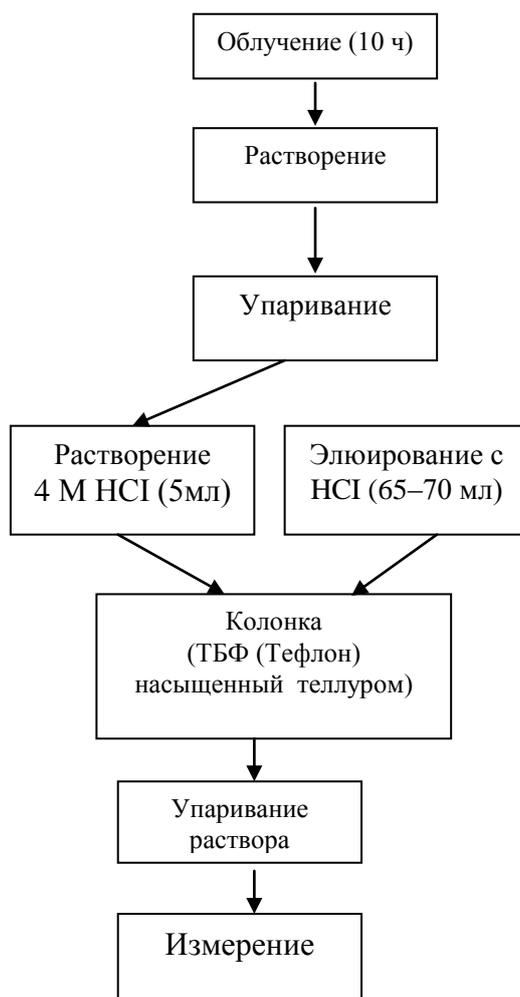


Рис. 6. Схема РНАА галлия особой чистоты

На основании проведенных исследований разработана методика радиохимического НАА галлия особой чистоты (рис. 6), позволяющая определять 28 элементов с пределами обнаружения  $n \cdot 10^{-5}$ – $n \cdot 10^{-9}$  мас.% при  $S_r$  0,15–0,2 (табл. 3).

**Таблица 3**

**Пределы определения примесных элементов при РНАА  
галлия особой чистоты**

№	Элемент	ПО мас.%	№	Элемент	ПО мас.%
1.	Ag	$2 \cdot 10^{-6}$	15.	La	$8 \cdot 10^{-8}$
2.	As	$1 \cdot 10^{-7}$	16.	Mo	$3 \cdot 10^{-6}$
3.	Ba	$5 \cdot 10^{-5}$	17.	Na	$6 \cdot 10^{-8}$
4.	Cd	$5 \cdot 10^{-6}$	18.	Ni	$9 \cdot 10^{-5}$
5.	Co	$5 \cdot 10^{-6}$	19.	Rb	$4 \cdot 10^{-5}$
6.	Cr	$3 \cdot 10^{-6}$	20.	Sc	$4 \cdot 10^{-8}$
7.	Cs	$1 \cdot 10^{-6}$	21.	Sm	$2 \cdot 10^{-9}$
8.	Cu	$4 \cdot 10^{-8}$	22.	Sr	$5 \cdot 10^{-5}$
9.	Eu	$4 \cdot 10^{-9}$	23.	Ta	$2 \cdot 10^{-6}$
10.	Gd	$5 \cdot 10^{-7}$	24.	Tb	$7 \cdot 10^{-7}$
11.	Hf	$5 \cdot 10^{-7}$	25.	U	$8 \cdot 10^{-7}$
12.	Ho	$2 \cdot 10^{-6}$	26.	W	$7 \cdot 10^{-7}$
13.	In	$4 \cdot 10^{-6}$	27.	Yb	$5 \cdot 10^{-7}$
14.	K	$3 \cdot 10^{-5}$	28.	Zn	$4 \cdot 10^{-5}$

*Радиохимический нейтронно-активационный анализ циркония и цирконий-ниобиевого сплава.* Цирконий-ниобиевые сплавы не относятся к сильноактивирующимся основам. Хотя по нашим оценкам, для высокочувствительного определения примесных элементов факторы очистки (F) от циркония и ниобия тем не менее составляют соответственно  $1 \cdot 10^5$  и  $3 \cdot 10^2$ . Вместе с тем высокое содержание гафния (0,1–0,5 %), который является сопутствующим элементом циркония и имеет сечение активации 10 барн, также мешает определению примесных элементов с содержанием  $n \cdot 10^{-5}$ – $n \cdot 10^{-9}$  %. Все эти факторы обуславливают проведение радиохимического разделения определяемых элементов от мешающих с факторами очистки от циркония и гафния не менее  $10^5$ , а от ниобия  $10^2$ .

Для решения этой задачи изучили экстракцию циркония, ниобия и гафния 5%-ным раствором ТОФО в толуоле и 0,75 М раствором Д2ЭГФК в о-ксилоле из солянокислых растворов. Исследование экстракции этих элементов в данных системах показало, что эффективное отделение матричных радионуклидов достигается в системе Д2ЭГФК–3 М HCl. Экспериментально установлено, что коэффициенты распределения циркония и гафния составляют больше 1000, а ниобия около 10. В этих условиях 0,75 М Д2ЭГФК в о-ксилоле количественно экстрагирует макроколичества циркония и гафния и емкость данной экстракционной системы составляет около 70 мг/мл. Измерение коэффициентов распределения микроколичеств

других элементов показало, что  $D_i$  молибдена, иттербия и железа составляют соответственно 10, 8, и 3, а остальных элементов меньше 0,1.

На основании проведенных исследований, разработана методика РНАА циркония и цирконий-ниобиевого сплава с экстракционно-хроматографическим разделением радионуклидов определяемых и мешающих элементов в системе Д2ЭГФК–3 М НСl, позволяющая определить 30 примесных элементов с пределами обнаружения  $10^{-5}$ - $10^{-9}$  мас.% при Sr 0,15–0,2.

*Методика НАА циркония и цирконий-ниобиевого сплава.* Образец массой 0,2 г облучали нейтронами ядерного реактора в течение 10 часов. Через день после облучения образец растворяли в 10 мл смеси кислот HF+HNO<sub>3</sub> с соотношением 1:10, упарили до минимального объема, несколько раз обработали 2-3 мл концентрированной НСl. Остаток растворили в 5 мл 3 М НСl, внесли в хроматографическую колонку и пропустили раствор через колонку со скоростью 0,7–1 мл/мин. Определяемые элементы с такой же скоростью элюировали 40–45 мл раствора 3 М НСl. В элюат добавили 3–5 мл концентрированной HNO<sub>3</sub>, упарили до 10–15 мл, перенесли в полиэтиленовый флакон для измерения и измерили гамма-активность определяемых элементов на гамма-спектрометре.

В пятой главе диссертации «**НАА палладия и платины анионо-обменно-хроматографическим отделением матрицы**» рассматривается использование ионообменно-хроматографической системы при разработке методик РНАА особо чистых палладия и платины. Исследования показали, что ионообменно-хроматографическая система высокоосновный анионит Dowex-1x8–растворы азотной кислоты очень удобна для отделения макроколичеств палладия и платины от микроколичеств большого числа элементов.

*Отделение матричных радионуклидов при РНАА палладия и платины.* Несмотря на то что палладий и платина среди населения в основном считается ювелирным материалом, большая часть этих металлов, производимых в мире, используется как катализатор в химической, автомобильной и нефтеперерабатывающей отраслях. Одно из требований к металлам, используемым для изготовления катализаторов – их чистота. Поэтому необходимо разработать многоэлементные и высокочувствительные методики определения их микропримесного состава.

Ядерно-физические характеристики палладия и платины показывают, что они удобны для нейтронно-активационного анализа. Однако несмотря на не очень высокие сечения активации, фактор очистки от обоих радионуклидов должен быть не меньше  $10^5$ .

Для отделения палладия и платины нами исследована их экстракция с ранее неописанными, новыми алкильными производными 2,5-димеркапто-1,3,4-тиадиазола и 8-бутилтиохинолина, синтезированными в Институте биоорганической химии АН РУз. Эксперименты показали, что несмотря на высокие коэффициенты распределения для палладия и платины (до 1300) и

селективность разделения (более 20 элементов имеют  $D_i$  ниже 0,1) емкость этих экстрагентов оказалось крайне мала (0,5–1,5 мг/мл) и они непригодны для отделения макроколичеств.

Для отделения макроколичеств палладия и платины нами использована ионообменно-хроматографическая система. Для оптимизации размеров колонки и объема элюата измерены профили распределения макроколичеств палладия и платины по колонке (рис. 7) и кривые элюирования определяемых элементов (рис. 8).

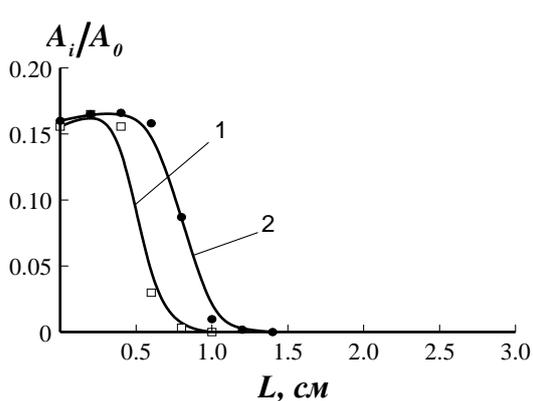


Рис. 7. Профиль распределения Pt (1) и Pd (2) по колонке. Высота слоя сорбента 5 см, диаметр колонки 0,7 см

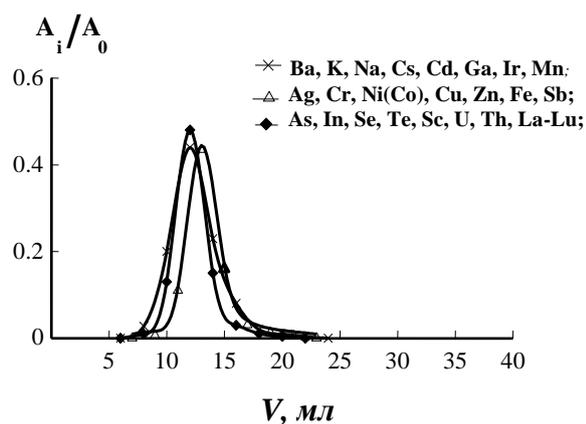


Рис. 8. Кривые элюирования определяемых элементов

Таблица 4

**Пределы определения определяемых элементов при радиохимическом  
НАА палладия и платины особой чистоты**

№	Элемент	ПО, мас.%	№	Элемент	ПО, мас.%
1	Ag	$6,4 \cdot 10^{-6}$	18	La	$3,1 \cdot 10^{-7}$
2	As	$6,0 \cdot 10^{-7}$	19	Mo	$2,0 \cdot 10^{-6}$
3	Ba	$6,2 \cdot 10^{-5}$	20	Mn	$3,2 \cdot 10^{-5}$
4	Cd	$2,0 \cdot 10^{-6}$	21	Na	$7,2 \cdot 10^{-7}$
5	Ce	$3,0 \cdot 10^{-6}$	22	Ni	$1,5 \cdot 10^{-4}$
6	Co	$5,2 \cdot 10^{-6}$	23	Rb	$4,8 \cdot 10^{-5}$
7	Cr	$1,0 \cdot 10^{-5}$	24	Sb	$5,2 \cdot 10^{-7}$
8	Cs	$7,2 \cdot 10^{-7}$	25	Sc	$5,0 \cdot 10^{-7}$
9	Cu	$1,2 \cdot 10^{-6}$	26	Se	$8,5 \cdot 10^{-6}$
10	Eu	$6,8 \cdot 10^{-9}$	27	Sm	$7,2 \cdot 10^{-9}$
11	Fe	$3,8 \cdot 10^{-4}$	28	Sr	$2,0 \cdot 10^{-4}$
12	Ga	$5,0 \cdot 10^{-6}$	29	Te	$3,1 \cdot 10^{-6}$
13	Gd	$2,0 \cdot 10^{-6}$	30	Tb	$2,5 \cdot 10^{-6}$
14	Ho	$4,2 \cdot 10^{-6}$	31	Th	$3,2 \cdot 10^{-6}$
15	In	$3,0 \cdot 10^{-6}$	32	U	$5,5 \cdot 10^{-7}$
16	Ir	$2,1 \cdot 10^{-6}$	33	Yb	$1,2 \cdot 10^{-6}$
17	K	$4,0 \cdot 10^{-5}$	34	Zn	$7,3 \cdot 10^{-5}$

Разработаны методики РНАА палладия и платины с использованием системы DOWEX-1x8–HNO<sub>3</sub>, позволяющие определять 34 элемента с ПО до  $10^{-9}$  % (табл. 4).

В шестой главе «**Определение редких и благородных металлов в техногенных материалах**» приводятся результаты разработки методики извлечения палладия из отработанного катализатора АПК-2.

АПК-2 (алюминиево-палладиевый катализатор) изготовлен на основе жженой окиси алюминия (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) и содержит до 2 % металлического палладия. Ежегодно на ряде предприятий Узбекистана, используется несколько десятков тонн катализатора АПК-2 при производстве азотной кислоты и азотных удобрений. После использования отработанный катализатор (ОК) складывается и отправляется на извлечение палладия.

Извлечение палладия включает в себя определение исходного содержания палладия в ОК, измельчение и просеивание, растворение палладия, отделение раствора от основы, восстановление палладия до металла и очистку полученного металла до чистоты 99,9 %, который в дальнейшем используется для изготовления новых катализаторов.

Определение исходного содержания палладия проводили рентгенорадиометрическим, гравиметрическим и нейтронно-активационными методами.

*Методика рентгенорадиометрического определения палладия.* Образец растирали спиртом в фарфоровой ступке, сушили и просеивали через сито с размером пор 200 меш. Два грамма просеянного образца переносили в стаканчик с дном из лавсановой пленки и измеряли на спектрометре в течение 50–60 сек.

Стандарты готовили тщательным перемешиванием мелкозернистого металлического порошка Pd с порошком Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. С использованием стандартов палладия, содержание которого изменялось от 0,5 % до 7,0 % (5 стандартов), строили градировочный график зависимости интенсивности характеристической линии Pd от его содержания. Определяя по спектру неизвестного образца интенсивность линии Pd, легко по градировочному графику определяли его содержание.

Среднее содержание палладия в отработанном катализаторе из 5 параллельных анализов составило 1,41 %.

Предел обнаружения палладия составлял 0,01 %. Погрешность определения ( $S_r$ ) не более 0,01.

*Методика ИНАА АПК-2.* 100 мг образца вместе с 3–5 мг порошка металлического палладия (эталон) упаковывали в пакетики из кальки и в полиэтиленовом контейнере облучали в 9-м сухом канале ядерного реактора ВВР-СМ в течение 30 секунд. Через два часа после облучения (радионуклиды алюминия и магния с периодом полураспада 6–9 мин.

практически полностью распадаются) образец и эталон распаковывали и измеряли на гамма-спектрометре.

Содержание палладия составляло 1,37 % при  $S_r$  0,15–0,2. Данная методика позволяет за рабочий день проводить до 5–7 анализов.

*Разработка методики извлечения палладия из отработанного катализатора АПК-2.* При разработке методики извлечения палладия из ОК АПК-2 исследовали растворение палладия, фильтрование, восстановление палладия из раствора, условия укрупнения фильтрования металлического палладия, чистоту полученного металла и его доочистку.

Растворение проводили в концентрированной  $HNO_3$ . Эксперименты показали, что оптимальным является растворение из измельченного ОК до размеров 0,3–1 мм в течение 3 ч. При этом более 99 % палладия переходит в раствор. Фильтрование раствора проводили под разряжением водоструйного насоса с использованием фильтровальной бумаги высокой плотности марки "для хроматографии". Восстановление палладия до металла проводили гидразин гидратом, предварительно нейтрализовав сильноокислый раствор до  $pH=2$ , добавляя раствор  $NaOH$ , так как экспериментально установлено, что свежесажженный палладий растворяется даже из слабых растворов кислот с  $pH=1$ . В данных условиях палладий практически полностью осаждается в виде металла. Однако в этих условия осадок загрязняется железом, которое начинает гидролизываться уже с  $pH=2$ , что обуславливает проведение доочистки после осаждения.

При восстановлении образуется мелкий аморфный осадок, который трудно фильтровать. Осадок забивает фильтр, прилипает к фильтровальной бумаге и стенкам воронки. Изучение различных факторов, влияющих на укрупнение осадка, таких как добавление высаливателей, регулирование скорости осаждения и концентрации палладия в растворе, времени созревания и нагревания осадка, показали, что наилучшим методом является нагревание и кипячение раствора с осадком. При этом осадок укрупнялся, отлипал со стенок и легко фильтровался. Анализ полученного металлического палладия показал, что он содержит до 3,2 % железа, а также  $Cr$ ,  $Cu$ ,  $Ni$ ,  $Zn$ , суммарное содержание которых более 1,4 %.

Для доведения чистоты палладия до 99,9 % проводили доочистку палладия осаждением его диметилглиоксимата. При этом получен металлический палладий чистотой 99,92 % и выходом 98,2 %. Результаты анализа полученного палладия приведены в табл. 6.

По разработанной методике провели извлечение палладия из опытной партии отработанного катализатора АПК-2 весом 3860 кг. Все оборудование было изготовлено из титановых листов толщиной 2,5 мм по представленному нами чертежу на ремонтно-механическом заводе ЧПО

«Электрохимпром». Отработанный АПК-2 измельчали в роторной электроножевой мельнице. Для растворения использовали пластиковые бочки объемом 60 литров, осаждение палладия из раствора проводили в титановых бочках объемом 350 л. Фильтрование после растворения палладия и после его восстановления проводили в титановых фильтрах объемом 100 литров вакуумным насосом при разряжении 2-3 мм ртутного столба. При восстановлении палладия из большого объема раствора во время нейтрализации с NaOH и добавления гидразин гидрата раствор закипал из-за выделения большого количества тепла, что исключало необходимость кипятить раствор для укрупнения осадка. Доочистку полученного палладия проводили по описанной выше методике. При переработке опытной партии получено более 51 кг металлического палладия чистотой 99,92 % в виде палладиевой черни.

**Таблица 6**

**Результаты РНАА образцов палладия после доочистки  
с диметилглиоксимом**

№	Элемент	Содержание или ПО, мас.%	№	Элемент	Содержание или ПО, мас.%
1	As	$6,2 \cdot 10^{-6}$	15	Mo	$< 8,3 \cdot 10^{-5}$
2	Ce	$< 1,5 \cdot 10^{-5}$	16	Na	$1,3 \cdot 10^{-5}$
3	Co	$2,1 \cdot 10^{-5}$	17	Ni	$1,1 \cdot 10^{-4}$
4	Cr	$3,4 \cdot 10^{-5}$	18	Rb	$< 6,7 \cdot 10^{-4}$
5	Cs	$< 7,0 \cdot 10^{-6}$	19	Sb	$< 4,1 \cdot 10^{-6}$
6	Cu	$5,8 \cdot 10^{-5}$	20	Sc	$< 4,0 \cdot 10^{-5}$
7	Eu	$< 2,4 \cdot 10^{-6}$	21	Se	$< 3,7 \cdot 10^{-4}$
8	Fe	$7,1 \cdot 10^{-2}$	22	Sm	$< 1,0 \cdot 10^{-6}$
9	Ga	$< 5,0 \cdot 10^{-5}$	23	Sr	$< 2,5 \cdot 10^{-3}$
10	Gd	$< 6,0 \cdot 10^{-5}$	24	Tb	$< 2,8 \cdot 10^{-5}$
11	Ho	$< 6,4 \cdot 10^{-5}$	25	Th	$< 6,1 \cdot 10^{-4}$
12	In	$< 3,4 \cdot 10^{-3}$	26	U	$< 2,1 \cdot 10^{-5}$
13	K	$< 4,0 \cdot 10^{-5}$	27	Yb	$< 2,4 \cdot 10^{-4}$
14	La	$< 4,5 \cdot 10^{-6}$	28	Zn	$3,1 \cdot 10^{-5}$

*Исследование возможности извлечения осмия из сбросных растворов металлургического производства. В сернокислых сбросных растворах производства молибдена из медно-молибденовых концентратов*

установлено наличие заметного количества осмия, попутное извлечение которого может увеличить рентабельность производства.

Для извлечения осмия из растворов используются различные способы концентрирования: осаждение (соосаждение), ионообменная сорбция, экстракция органическими соединениями, дистилляция, электродиализ и другие.

Нами для отделения осмия исследованы методы дистилляции, экстракции и экстракционной хроматографии. Дистилляционное концентрирование осмия основано на его способности образовывать летучую четырехокись, в которой осмий проявляет наивысшую валентность – VIII. Поэтому для обеспечения максимальной отгонки в раствор перед дистилляцией добавляют различные окислители. Так как комплексные хлориды осмия окисляются до четырехокиси не полностью, отгонку чаще всего производят из серно- и азотнокислых растворов. Из литературы известно, что  $\text{OsO}_4$  полностью отгоняется при температуре 105–110°C и перегоняется без разложения с водяным паром. Из серной и соляной кислоты без окислителя при 95–100°C осмий практически не дистиллировался. При добавлении  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  дистилляция из сернокислого раствора проходила на 50%. При дистилляции из раствора 4 М азотной кислоты до 95 % осмия переходит в дистиллят даже при отсутствии окислителя (102–108°C).

В качестве поглотителя нами использован 10%-ный раствор КОН в двух последовательно соединенных сосудах объемом 10 мл. Установлено, что КОН полностью поглощает осмий и при измерении во втором сосуде не обнаружено даже следов осмия. Показано, что при упаривании раствора щелочи до влажных осадков осмий не улетучивается и химический выход составляет практически 100 %. Это дает возможность концентрировать осмий в маленьком объеме и даже в сухом виде. Исследование поведения осмия в различных кислых растворах показало, что при хранении серно- и серноокислых растворов, содержащих осмий, концентрация осмия со временем практически не меняется, однако в азотнокислых растворах содержание осмия начинает уменьшаться даже при комнатной температуре. Так, концентрация осмия из 4 М  $\text{HNO}_3$  через 6 часов уменьшается в 15 раз, через 15 часов – в 60, а через сутки – более чем в 100 раз.

Несмотря на широкое применение дистилляции в лабораторных исследованиях из-за высокой степени извлечения в промышленном масштабе, где необходимо перерабатывать десятки тонн раствора в день, этот метод мало практичен.

В этом случае более удобными являются методы экстракции и ионного обмена, особенно в хроматографическом варианте исполнения. Исследовали экстракцию осмия 0,4%-ным раствором  $\text{O}_2\text{O}$  –

дигексилтиофосфата калия, синтезированного в Институте биоорганической химии АН РУз, в смеси хлороформа с изобутиловым спиртом в соотношении 5:1. При этом достигнута степень экстракции осмия из сбросных растворов до 96%. Ре-экстракция осмия из экстрагента дает практически полное извлечение осмия. Однако из-за малой емкости эти экстрагенты можно использовать только для определения осмия в лабораторных условиях.

Методом экстракционной хроматографии извлечение осмия проводили в системах ТОА–H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> и ТБФ–H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>. Твердофазные экстрагенты получали впитыванием экстрагента на тефлоновый порошок мокрым и сухим способами.

По результатам исследований можно сделать следующие выводы:

– несмотря на плохую сорбцию в ТОА, приготовленным сухим способом (40 %), реэкстракция с КОН идет практически полностью. После элюирования 45 мл КОН в колонке не обнаружено даже следов осмия;

– при сорбции на ТОА, приготовленным мокрым способом, извлекается 70–72 % осмия, однако реэкстракция с КОН проходит всего на 50 %, и общий выход осмия составляет 35–36 %. Остальное количество осмия остается в колонке. Однако при смывании экстрагента с твердой фазы ацетоном химический выход может достигать 70%.

## ВЫВОДЫ

По результатам исследований, проведенных по теме диссертации **«Нейтронно-активационный анализ высокочистых веществ и технологических материалов»**, представлены следующие выводы.

1. Установлены способы снижения аппаратной систематической погрешности инструментального нейтронно-активационного анализа при высоких нагрузках измерительного тракта. Использование данного способа при ИНАА кремния высокой чистоты позволило снизить пределы определения примесных элементов с периодом полураспада до 3–4 дней в 7–12 раз за счет уменьшения времени остывания, а при РНАА урана в 4–6 раз за счет уменьшения влияния высокоактивных осколков деления.

2. Показана возможность высокоэффективного отделения не только макроколичеств урана, но и <sup>239</sup>Np, образующегося при облучении урана от микроколичеств более 25 элементов в экстракционно-хроматографической системе ТБФ–6 М HNO<sub>3</sub>.

3. Впервые разработаны методики нейтронно-активационного определения микропримесного состава урана с использованием предварительного концентрирования до облучения и радиохимического вариантов НАА. Использование комбинации двух вариантов позволило

корректно учитывать влияние осколков деления на результат анализа и определить 26 примесных элементов с ПО  $n \cdot 10^{-5}$ – $n \cdot 10^{-9}$  мас.%

4. Усовершенствована методика РНАА теллура высокой чистоты с использованием экстракционно-хроматографической системы ТБФ–12 М НСl, что по сравнению с ранее разработанной нами методикой позволило определить еще 5 примесных элементов.

5. Детально исследовано экстракционное и экстракционно-хроматографическое поведение макроколичеств In, Ga и Zr, а также микроколичеств ряда элементов в системах Д2ЭГФК, ТБФ–галогеноводородная кислота (НСl, НВr), по результатам которого были разработаны методики РНАА In, Ga, Zr и Zr(Nb) сплава с высокоэффективным разделением радионуклидов матричных и примесных элементов.

6. Впервые в практике РНАА подавление экстракции микроколичеств примесных элементов макроколичеством теллура использовано для увеличения количества элюируемых из хроматографической колонки элементов в ЭХ системе ТБФ–4 М НСl и отделения от галлия даже таких элементов, как W, Мо, Re, In, Та, Np (U), Sb, Zn, Cd, Fe и Ag с  $D_i$  от 40 до 600. Это позволяет определить 28 элементов при РНАА галлия с ПО  $n \cdot 10^{-5}$ – $n \cdot 10^{-9}$  мас.%

7. Проведено детальное исследование поведения макроколичеств палладия и платины, а также микроколичеств более 30 элементов в различных экстракционных, ионообменных, экстракционно- и ионообменно-хроматографических системах. Показано, что несмотря на высокие коэффициенты распределения и селективность экстракция 8-бутилтиохинолином и 2,5-дитиооктил-1,3,4-тиадиазолом из растворов азотной кислоты, данные системы для отделения макроколичеств палладия и платины не пригодны из-за их очень маленькой емкости.

8. Показано, что ионообменно-хроматографическая система Dowex-1x8–НСl наиболее селективна и обеспечивает достаточную эффективность разделения для отделения макроколичеств палладия и платины от микроколичеств определяемых элементов. На основании полученных результатов впервые разработаны методики РНАА палладия и платины, позволяющие определять 34 элемента с ПО  $n \cdot 10^{-4}$ – $n \cdot 10^{-9}$  мас.%

9. Установлены оптимальные условия растворения, осаждения, выделения и доочистки палладия при его извлечении из отработанного катализатора АПК-2. Разработаны методика и полупромышленная технология извлечения палладия из отработанного катализатора АПК-2 с выходом 98,2 %. С использованием разработанной технологии проведено извлечение палладия из опытной партии АПК-2 весом 3,86 т и получено более 51 кг металлической палладиевой черни чистотой 99,92 %.

10. Исследованы возможности извлечения микроколичеств осмия из сернокислых сбросных растворов медно-молибденового производства. Предложена методика дистилляционного и экстракционно-хроматографического извлечения осмия из сбросных растворов с выходом 95 % при дистилляции и до 70 % при экстракционной хроматографии.

**SCIENTIFIC COUNCIL No.DSc.30.05.2018.FM./T.65.01  
ON AWARD OF SCIENTIFIC DEGREES AT THE INSTITUTE  
OF ION-PLASMA AND LASER TECHNOLOGIES**

---

**INSTITUTE OF NUCLEAR PHYSICS**

**SADIKOV ILKHAM ISMAILOVICH**

**NEUTRON ACTIVATION ANALYSIS OF HIGH PURITY SUBSTANCES  
AND TECHNOLOGICAL MATERIALS**

**01.04.01 – Instruments and methods of experimental physics**

**ABSTRACT**

**of doctoral (DSc) dissertation on technical sciences**

**Tashkent – 2018**

**The theme of the doctoral dissertation (DSc) on technical sciences was registered by the Supreme Attestation Commission of the Cabinet of Ministers of the Republic of Uzbekistan number B.2018.3.DSc.FM.125.**

The dissertation was carried out at the Institute of Nuclear Physics of the Academy of Sciences of the Republic of Uzbekistan.

The abstract of the dissertation was posted in three (Uzbek, Russian, English (resume)) languages on the website of the Scientific Council at [www.iplt.uz](http://www.iplt.uz) and on the website of «Ziyonet» Information and Educational Portal at [www.ziyonet.uz](http://www.ziyonet.uz).

**Scientific consultant:** **Yuldashev Bekhzod Sadikovich**  
Doctor of Physical and Mathematical Sciences,  
Professor, Academician

**Official opponents:** **Muminov Tolib Musaevich**  
Doctor of Physical and Mathematical Sciences,  
Professor, Academician

**Bakhramov Sadulla Abdullaevich**  
Doctor of Physical and Mathematical Sciences,  
Professor, Academician

**Rakhmatov Akhmat Zaynutdinovich**  
Doctor of Technical Sciences

**Leading organization:** **Samarkand State University**

The defense of the dissertation will be held on «27» October 2018, at 10<sup>00</sup> at the meeting of the Scientific Council No.DSc.30.05.2018.FM./T.65.01 at the Institute of Ion-Plasma and Laser Technologies (Address: 33 Durmon Yuli str., 100125 Tashkent. Tel. (+99871) 262-31-69; fax (+99871) 262-32-54; e-mail: [info@iplt.uz](mailto:info@iplt.uz)).

The doctoral (DSc) dissertation can be looked through in the Information Resource Centre of the Institute of Ion-Plasma and Laser Technologies (registered under No.\_\_\_\_) Address: 33 Durmon Yuli str., 100125 Tashkent. Tel. (+99871) 262-31-69.

The abstract of the dissertation was distributed on «15» October 2018.

(Registry record No. \_\_\_\_ dated «\_\_\_\_» \_\_\_\_\_ 2018.)

**Kh.B.Ashurov**

Chairman of the Scientific Council on Award of Scientific Degrees, Doctor of Technical Sciences, Senior Researcher

**D.T.Usmanov**

Scientific Secretary of the Scientific Council on Award of Scientific Degrees, Doctor of Physical and Mathematical Sciences, Senior Researcher

**I.Nuritdinov**

Chairman of the Scientific Seminar of the Scientific Council on Award of Scientific Degrees, Doctor of Physical and Mathematical Sciences, Professor

## INTRODUCTION (abstract of the DSc dissertation)

**The aim of the research** is to develop a set of methods for neutron activation analysis of silicon, gallium, zirconium, indium, tellurium, palladium, platinum, and uranium of high purity, as well as to determine rare and trace metals in technogenic materials and their extraction.

**The tasks of the research** are:

identifying extraction and extraction-chromatographic behaviour of the macrocomponents of Ga, Zr, In, Te, U and microquantities of more than 30 elements in the TBP-HCl, HBr, HNO<sub>3</sub> systems;

developing methods for separating macroquantities of uranium and microquantities of <sup>239</sup>Np for more than 30 elements in the TBP-HNO<sub>3</sub> extraction chromatographic system;

creating anion-exchange-chromatographic separation methods for macroquantities of palladium and platinum from more than 35 impurity elements in the Dowex 1x8 system – nitric acid;

developing a set of multielement methods for instrumental and radiochemical HAA Si, Ga, Zr, Pd, In, Te, Pt and U of high purity;

optimizing the conditions for the precipitation of palladium by hydrazine hydrate from acidic solutions, its filtration and purification;

developing methods and technologies for the extraction of palladium metal from spent APK-2 catalyst with a purity of 99.9%;

creating methods for the extraction of microquantities of osmium using the methods of distillation and extraction chromatography in various systems.

**The object of the research** are high-purity Si, Ga, Zr, Pd, In, Te, Pt and U, spent catalyst APK-2, sulfuric acid waste solutions of copper-molybdenum production and metallic osmium.

**The scientific novelty of the research** consists of the following:

Methods have been proposed for reducing and accounting the systematic error of gamma-spectrometric measurements at high counting rates in the instrumental version of high-purity silicon NAA;

Methods have been developed for extraction and extraction-chromatographic separation of macrocomponents (gallium, zirconium, indium, tellurium and uranium) from microquantities of a number of elements in the TBP-HCl, TBP-HBr, TBP-HNO<sub>3</sub>, D2EHPK-HCl, D2EHPK-HNO<sub>3</sub> systems;

For the first time, methods of neutron activation analysis of uranium have been developed in a combination of two options - radiochemical and with pre-concentration, which made it possible to correctly take into account the effect of fission fragments on the results of the analysis;

Methods have been developed for radiochemical neutron activation analysis of palladium and platinum, allowing to determine 34 elements with a detection limit of  $n \cdot 10^{-4}$  -  $n \cdot 10^{-9}$  % of the mass;

Optimal conditions have been established for the deposition of palladium by hydrazine hydrate from acidic solutions, allowing the extraction of palladium to

98.2%, and purification method to a purity of 99.92%;

Conditions have been selected for the extraction of osmium from sulphate waste solutions up to 95% by distillation and up to 72% by extraction chromatography methods.

**Implementation of the research results.** Based on the obtained scientific results on neutron activation analysis of high-purity substances:

the developed method of radiochemical neutron activation analysis of high-purity gallium was used by «Tezlatgich» Ltd. in the manufacture of cyclotron targets for obtaining germanium-68 radionuclide (Certificate No.249/1 of «Tezlatgich» Ltd. of 11 May 2018). The use of the developed methodology allowed obtaining 0.1 Ki germanium-68 at a cost of \$120000 per 1 Ki, thereby increasing the volume of export products;

the developed method of radiochemical neutron activation analysis of high-purity gallium was used by «Tezlatgich» Ltd. in the manufacture of cyclotron targets for obtaining a  $^{68}\text{Ge}/^{68}\text{Ga}$  radionuclide generator (Certificate No.249/1 of «Tezlatgich» Ltd. Of 11 May, 2018). The use of the developed technique allowed to create an experimental model of the  $^{68}\text{Ge}/^{68}\text{Ga}$  radionuclide generator;

the developed method of radiochemical neutron activation analysis of high-purity tellurium was used in the development of production technology and analytical control of production steps, as well as to determine the purity of the starting material (technical tellurium of 95-96% purity) and the final product – high-purity tellurium (99.999% purity) at the Institute of Nuclear Physics of the Academy of Sciences of the Republic of Uzbekistan (Certificate No.2/1255-2049 of the Academy of Sciences of the Republic of Uzbekistan of 02.08.2018). The use of the developed methodology allowed conducting more than 120 analyzes and obtaining more than 200 kg of high-purity tellurium with a cost of 200-220 US dollars per 1 kg, which will increase the export potential of the institute;

the developed complex of multielement methods of instrumental and radiochemical neutron activation analysis was used to determine the distribution coefficients in the aquatic environment of radionuclides and heavy metals in silicate sorbents as part of the applied project FA-A12-F009 «Development of a technology for producing selective sorbents based on silicate materials for the isolation of radionuclides and heavy metals from aquatic environments» ((2015-2017) (Certificate No.2/1255-2049 of the Academy of Sciences of the Republic of Uzbekistan of 02.08.2018). The use of the developed techniques allowed to determine the scope of the obtained sorbents, the types of heavy metals and radionuclides and the efficiency of their separation.

**Publication of the research results.** On the theme of the dissertation a total of 33 scientific works including 11 articles were published. Of these 8 articles were published in foreign scientific journals recommended by the Supreme Attestation Commission of the Republic of Uzbekistan for publishing basic scientific results of doctoral dissertations.

**The structure and volume of the dissertation.** The dissertation was presented on 143 pages consisting of an introduction, six chapters, a conclusion and a list of references.

**ЭЪЛОН ҚИЛИНГАН ИШЛАР РЎЙХАТИ**  
**СПИСОК ОПУБЛИКОВАННЫХ РАБОТ**  
**LIST OF PUBLISHED WORKS**

**I бўлим (I часть; Part I)**

1. Karandashev V.K., Grashulene S.S., Sadikov I.I. Extraction-Chromotographic System TBP-HBr in Radiochemical Neutron Activation Analysis of High-Purity Materials // *Microchimica Acta.* – Springer (Austria), 1993. - Vol. 112, N 1-4. - pp.77-86 (№11. Springer; IF=4,580)

2. Колотов В.П., Догадкин Н.Н., Чапыжников Б.А., Карандашев В.К., Савельев Б.В., Садыков И.И. Активационный анализ особочистого олова // *Журнал аналитической химии.* – Москва, 1996. – Т.51, № 12.- С.1315-1321 (№11. Springer; IF=0,723)

3. Мирсагатов Ш., Шамирзаев С.Х., Музаффарова С.А., Махмудов М.А., Садыков И.И. Роль диффузии собственных компонентов в деградиационных процессах в теллурид-кадмиевых солнечных элементах // *Гелиотехника.* – Ташкент, 1996. - № 5.- С. 20-25 (01.00.00. № 1)

4. Садыков И.И., Салимов М.И., Усманова М.М. Радиохимический нейтронно-активационный анализ молибдена особой чистоты // *Узбекский физический журнал.* – Ташкент, 1999. - № 4 (1). - С.317-323 (01.00.00. № 5)

5. Садыков И.И., Колотов В.П. Исследование аппаратурных возможностей в инструментальном нейтронно-активационном анализе при больших нагрузках измерительного тракта // *Узбекский физический журнал.* – Ташкент, 2000. - № 2 (2). - С.173-179 (01.00.00. № 5)

6. Садыков И.И., Салимов М.И., Усманова М.М., Садыкова З.О. Радиохимический нейтронно-активационный анализ образцов рения и перрената аммония // *Журнал аналитической химии.* – Москва, 2001. - Т. 56, № 6. - С. 601-604 (№11. Springer; IF=0,723)

7. Садыков И.И., Салимов М.И., Усманова М.М. Нейтронно-активационный анализ высокочистого молибдена радиохимическим разделением // *Атомная энергия.* – Москва, 2001.- Т. 90, № 1. - С. 69-74 (№11. Springer; IF=0,053)

8. Садыков И.И., Зиновьев В.Г., Садыкова З.О. Нейтронно-активационный анализ теллурида марганца ртути // *Журнал аналитической химии.* – Москва, 2005. - Т. 60, № 10. - С. 1064-1068 (№11. Springer; IF=0,723)

9. 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 // *Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry.* – Springer, 2009. – Vol.280, N 3. – pp. 489-493 (№11. Springer; IF=1,282)

10. Садыков И.И., Салимов М.И., Бабаев Н.Б., Садыкова З.О. Извлечение осмия из сбросных растворов металлургического производства //

Доклады Академии наук Республики Узбекистан. – Ташкент, 2014. - №1. – С.12-15 (01.00.00. № 7)

11. Sadikov I.I., Salimov M.I., Sadykova Z.O., Makhkamov M. Gold and Silver Concentration Determined in Gold Mining Tailings by Neutron Activation Analysis // American Journal of Science and Technologies. – Princeton University Press (USA), 2016. – N 1(21). – pp.1024-1028 (№ 41. SCImago; IF=5,483)

## II бўлим ( IIчасть; Part II)

12. Sadikov I.I. Neutron Activation Analysis of Manganese-Mercury Telluride // Evrasia Nuclear Bulletin. – Turkish Atomic Energy Authority, Izmir (Turkey), 2003. – N 2. – pp. 100-104.

13. Садыков И.И., Рахимов А.В. Высокоэффективное радиохимическое отделение нептуния ( $^{239}\text{Np}$ ) при радиохимическом нейтронно-активационном анализе (РНАА) чистого урана // Аспирант и соискатель. – Москва, 2008. - №2. – С.134-138.

14. Садыков И.И., Рахимов А.В. Определение примесных элементов в чистом уране методом нейтронно-активационного анализа // Аналитика и контроль.- Екатеринбург (Россия), 2008. –т.12, №1-2. – С.31-35

15. Садыков И.И., Салихбаев У.С. Нейтронно-активационный анализ особо чистых материалов в Институте ядерной физики АН РУз // Современные материалы и технологии: Материалы Межд. конф. 21-23 октября 2015. – Тбилиси (Грузия), 2015. – С.167-170.

16. Садыков И.И., Садыкова З.О., Бабаев Б.Н., Аллокулов Н.К. Радиохимический нейтронно-активационный анализ палладия и платины // Препринт ИЯФ АН РУ. – Ташкент: ИЯФ АН РУз, 2016.- № Р-3-712. – 11 с.

17. Sadikov I.I. State of a neutron-activation analysis of high pure materials in Institute Nuclear Physics AS RU // The 4 Intern.Conference «Modern problems of nuclear physics»: Book of abstracts, 25-29 September 2001.- Tashkent, 2001.- P.282-284.

18. Sadikov I.I. State of a neutron-activation analysis of high pure materials in Institute Nuclear Physics AS RU // The third conf. «Radioisotopes and their applications»: Book of abstracts, October 8-10, 2002. - Tashkent, 2002. - P. 73-74.

19. Sadikov I.I., Zinov'ev V.G. Radiochemical neutron activation analysis of Manganese-Mercury Telluride // The third conf. «Radioisotopes and their applications»: Book of abstracts, October 8-10, 2002. - Tashkent, 2002. - P. 94.

20. Sadikov I.I., Salimov M.I., Rakhimov A.B., Zinov'ev V.G. Radiochemical separation of Neptunium for Radiochemical activation analysis of pure uranium // The Fifth Intern. Conf. «Modern problems of Nuclear Physics»: Book of abstracts, 12-15 August 2003, Samarkand. – Tashkent, 2003. – P.325.

21. Tashimova F.A., Sadikov I.I., Zinovyev V.G. Radiochemical neutron activation analysis of high purity gallium // The Fifth Intern. Conf. «Modern problems of Nuclear Physics»: Book of abstracts, 12-15 August 2003, Samarkand. – Tashkent, 2003. – P.326.

22. Sadikov I.I., Zinov'ev V.G. Instrumental neutron activation analysis of  $Mn_xHg_{1-x}Te$  // The Fifth Intern. Conf. «Modern problems of Nuclear Physics»: Book of abstracts, 12-15 August 2003, Samarkand. – Tashkent, 2003. – P.351.

23. Tashimova F.A., Sadikov I.I., Salimov M.I. Radiochemical neutron activation analysis of zirconium and zirconium-niobium alloys // Nuclear Science and its Application: Book of abstracts of the Third Eurasian Conf. 5-8 October 2004. – Tashkent, 2004. – pp.245-246.

24. Sadikov I.I., Zinov'ev V.G., Sadikova Z.O., Salimov M.I. Evaluation of neutron flux in the WWW-SM reactor channel and in the irradiating zone of U-150 cyclotron // The Sixth Intern. Conf. «Modern problems of Nuclear Physics»: Book of abstracts, 19-22 September, 2006. - Tashkent, 2006. -P. 259-260.

25. Tashimova F.A., Sadikov I.I., Salimov M.I., Zinov'ev V.G. Radiochemical neutron activation analysis based Multi-Elemental Analysis of High-Purity Gallium // The Sixth Intern. Conf. «Modern problems of Nuclear Physics»: Book of abstracts, 19-22 September, 2006. - Tashkent, 2006. -P. 261.

26. Sadikov I.I., Rakhimov A.B., Salimov M.I., Zinov'ev V.G. Neutron activation analysis of pure uranium using preconcentration // The Sixth Intern. Conf. «Modern problems of Nuclear Physics»: Book of abstracts, 19-22 September, 2006. - Tashkent, 2006. - P. 272-273.

27. Sadikov I.I., Zinov'ev V.G., Sadikova Z.O., Salimov M.I. Radiochemical neutron activation analysis of high pure palladium and platinum by ion exchange chromatography // The Sixth Intern. Conf. «Modern problems of Nuclear Physics»: Book of abstracts, 19-22 September, 2006. - Tashkent, 2006. - P. 275-276.

28. Sadikov I.I., Sadikova Z.O., Zinov'ev V.G. Neutron activation analysis of a high pure palladium and platinum // The fourth Eurasian Conf. on Nuclear Science and its Application: Book of abstracts, October 31- November 3, 2006. - Baku, 2006. - P. 476-478.

29. Sadikov I.I., Salimov M.I., Malikov A.A. Determination of palladium and platinum trace content in wastes and tailings of chemical industry // The Fifth Eurasian Conference on Nuclear Science and its Application: Book of Abstracts, 4-17 Oct. 2008. – Ankara (Turkey), 2008. -P. 187.

30. Sadikov I.I., Salimov M.I., Sadikova Z.O. Analysis of gold and silver concentration on gold mining tailings by neutron activation analysis // VII Eurasian Conference «Nuclear Science and its Application» 21-24 October 2014. - Baku, Azerbaijan. –P.301-302

31. Sadikov I., Khujaev S., Bakiev S., Kist A., S.Kh.Egamediev. Development of nuclear analytics and radiochemistry in the INP AS RU // VII Eurasian Conference «Nuclear Science and its Application 21-24 October 2014.- Baku, Azerbaijan. – P.25-26

32. Sadikov I.I., Mirzaev O. Radiochemical neutron activation analysis of high purity gallium // International Symposium «New Tendencies of Developing Fundamental and Applied Physics: Problems, Achievements, Prospectives»: Tashkent, November 10-11, 2016. - Tashkent, 2016. – P.362-363

33. Sadikov I.I., Mirzaev O. Determination of microimpurity composition of special pure zirconium and zirconium-niobium alloys // International Symposium «New Tendencies of Developing Fundamental and Applied Physics: Problems, Achievements, Prospectives»: Tashkent, November 10-11, 2016. - Tashkent, 2016. – P.361-362.

Автореферат «Til va adabioyt ta'limi» журнали таҳририятида таҳрирдан  
ўтказилди (12.10.2018 йил).

Босишга рухсат этилди: 12.10.2018 йил  
Бичими 60x45 <sup>1</sup>/<sub>8</sub>, «Times New Roman»  
гарнитурда рақамли босма усулида босилди.  
Шартли босма табағи 4,1. Адади: 100. Буюртма: № 306.

Ўзбекистон Республикаси ИИВ Академияси,  
100197, Тошкент, Интизор кўчаси, 68.

«АКАДЕМИЯ НОШИРЛИК МАРКАЗИ»  
Давлат унитар корхонасида чоп этилди.