

РЕНТГЕНОФАЗОВЫЙ АНАЛИЗ ОБРАЗЦОВ УДОБРЕНИЙ

Задача исследования: контроль качества гранулированных удобрений.

Условия съемки: рентгено-оптическая схема Брегга-Брентано, острофокусная трубка БСВ-33, напряжение на трубке 20 кВ, ток 5 мА, анод $\text{CrK}\alpha$ (2.2909 Å), щель коллиматора 0,4 мм, изогнутый позиционно-чувствительный детектор, диапазон одновременной регистрации 43° . Съемка 2θ -сканов осуществлялась с экспозицией 600 сек, в 6 положениях рентгеновской трубки и детектора: 10-20, 20-20, 25-25, 30-30, 40-40 и 50-50. Измерения проводили с вращением образца. Калибровку детектора осуществляли по внешнему стандарту ГСО-95 Al_2O_3 . Для анализа образцы измельчали в истирателе ИВ-МИКРО и запрессовывались в кюветы диаметром 10 мм. Результаты рентгенофазового анализа приведены в таблицах 1-3, и на рисунках 1-3.

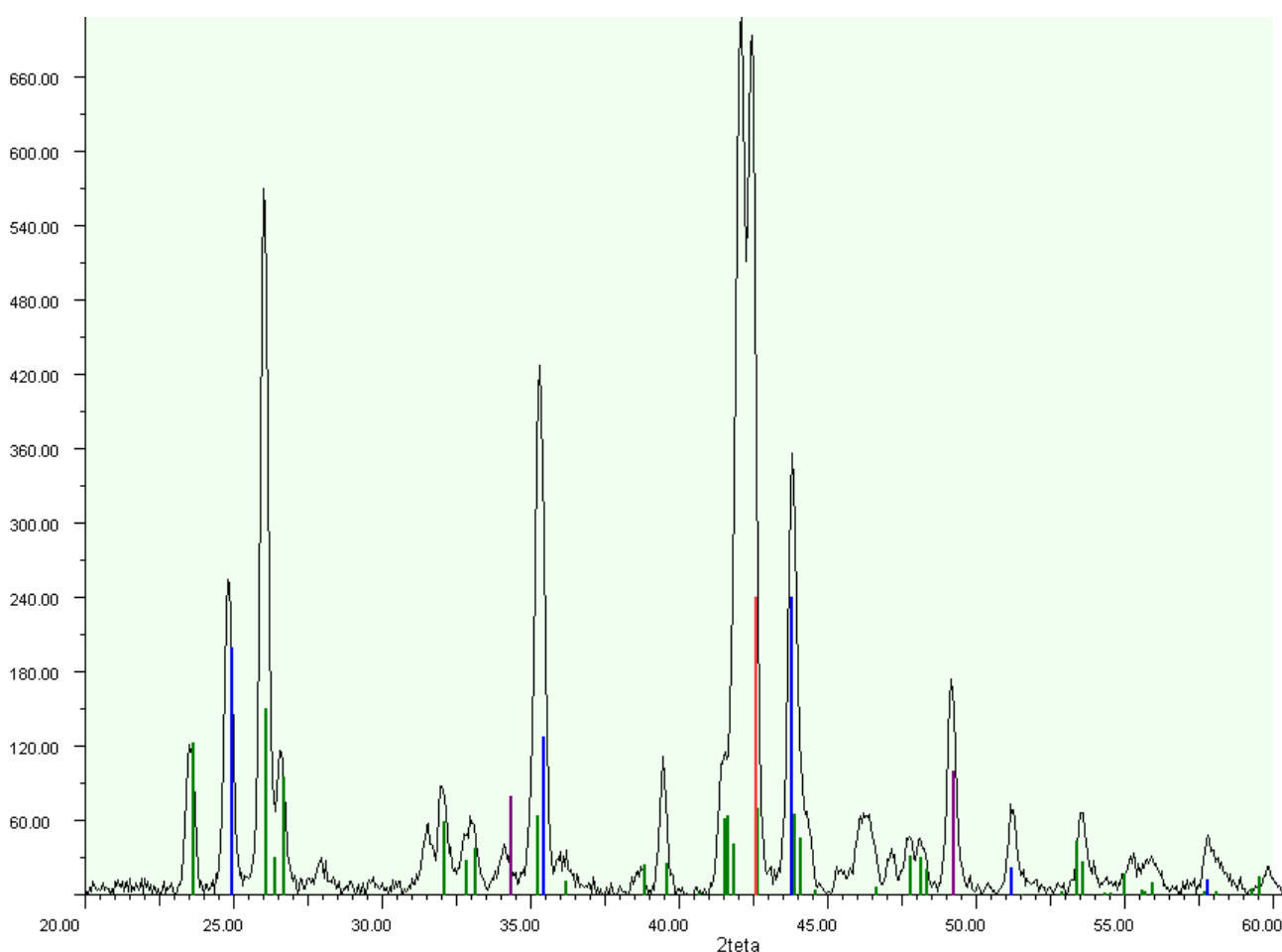


Рис. 1. Фрагмент дифрактограммы образца удобрения НРК 9-25-25 (производства АО «Апатит») (черный цвет) и штрих-диаграммы найденных соединений: аммофос, состоящий из моноаммонийфосфата $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ (синий) и диаммонийфосфата $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ (зеленый), хлорид калия KCl (красный), хлорид аммония NH_4Cl (фиолетовый).



Таблица 1. Полуколичественный фазовый состав образца NPK 9-25-25 (производства АО «Апатит»)

Искомые фазы	PDF #	2тета	Интенсивности, %	Рассчитанные концентрации
Моноаммонийфосфат $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$	10817	42.15	100	50
Диаммонийфосфат $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$	701461	26.06	81	40
Хлорид калия KCl	750296	41.58	16	8
Хлорид аммония NH_4Cl	340710	47.97	5	2

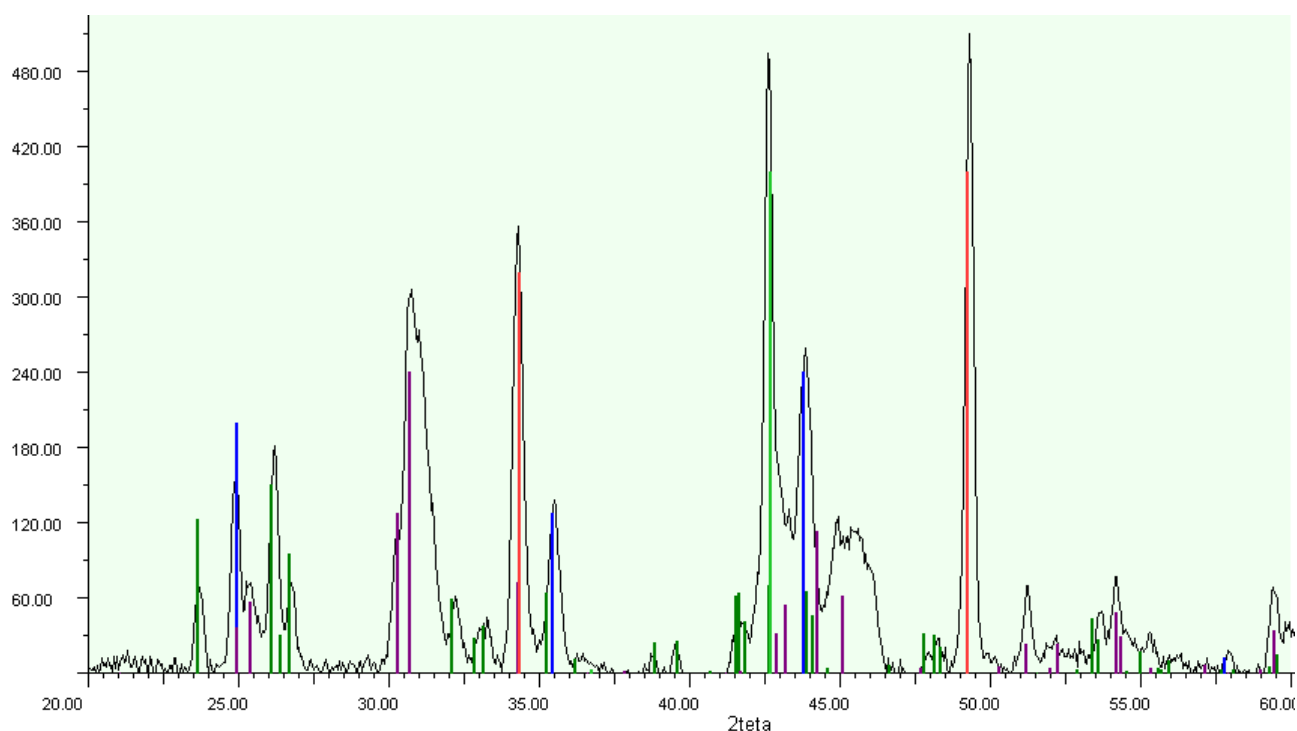


Рис.2. Фрагмент дифрактограммы образца удобрения NPK 15-15-15 (производства АО «ФосАгро») (черный цвет) и штрих-диаграммы соединений: аммофос, состоящий из моноаммонийфосфата $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ (синий) и диаммонийфосфата $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ (зеленый), аммонийная соль серной кислоты – $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ (фиолетовый), хлорид аммония NH_4Cl (красный) и KCl (светло-зеленый)

Таблица 2. Полуколичественный фазовый состав образца NPK 15-15-15 (производства АО «ФосАгро»)

Искомые фазы	PDF #	2тета	Интенсивности, %	Рассчитанные концентрации
Моноаммонийфосфат $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$	10817	43.80	26	8
Диаммонийфосфат $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$	701461	26.10	7	3
Сульфат аммония $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$	720456	30.65	24	9
Хлорид аммония NH_4Cl	340710	49.25	100	40
Хлорид калия KCl	750296	45.65	99	40

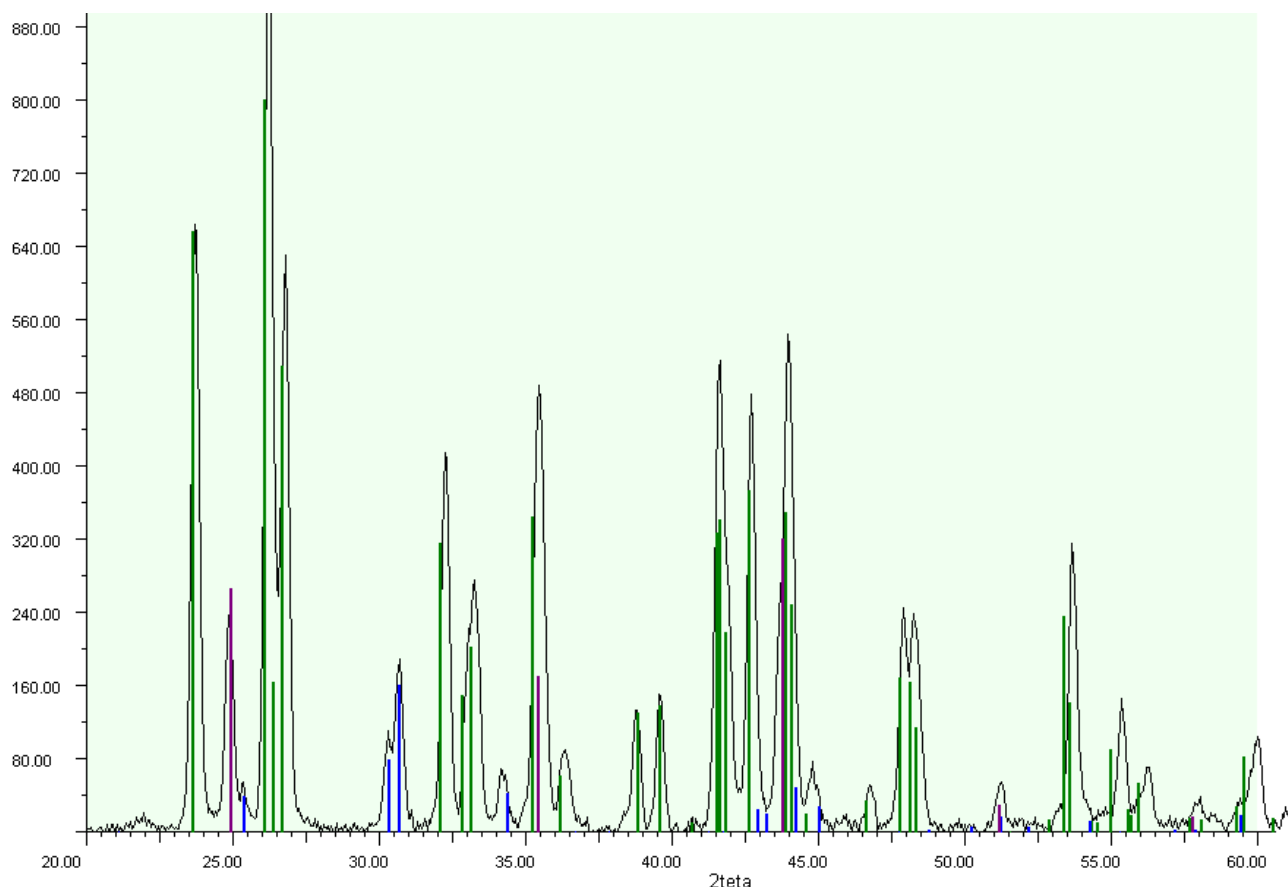


Рис.3. Фрагмент диффрактограммы образца удобрения ДАФ (производства АО «ФосАгро») (черный цвет) и штрих-диаграммы найденных соединений: аммофос, состоящий из моноаммонийфосфата $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ (фиолетовый) и диаммонийфосфата $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ (зеленый) и аммонийная соль серной кислоты – $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ (синий).

Таблица 3. Полуколичественный фазовый состав образца ДАФ (производства АО «ФосАгро»)

Искомые фазы	PDF #	2тета	Интенсивности, %	Рассчитанные концентрации
Моноаммонийфосфат $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$	10817	42.15	100	71
Диаммонийфосфат $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$	701461	61.37	28	13*
Сульфат аммония $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$	840131	61.28	31	16

* - поскольку пик наложенный, интенсивность диаммонийфосфата слегка завышена, следовательно, его концентрация реально меньше.

Выводы. Анализируемые образцы представляют собой многофазные смеси:

- 1 – NPK 9-25-25 (АО «Апатит») – смесь, состоящая из аммофоса (90%), хлорида калия KCl (8%) и хлорида аммония NH_4Cl (2%);
- 2 – NPK 15-15-15 (АО «ФосАгро») – смесь, состоящая из аммофоса (11%), хлорида калия KCl (40%), хлорида аммония NH_4Cl (40%) и сульфата аммония $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ (9%);
- 3 – ДАФ (АО «ФосАгро») – трехфазная смесь, состоящая из аммофоса (84%) и сульфата аммония $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ (16%).