

РЕНТГЕНОФАЗОВЫЙ АНАЛИЗ ОБРАЗЦОВ ПОЧВ КАРЬЕРОВ НА ДИФРАКТОМЕТРЕ ДИФРЕЙ-401

Задача исследования: определить к какому карьере (№1 или №2) относятся образцы почв, отобранные с дорожного полотна. (Аналогичная ситуация см. по ссылке <http://www.ntv.ru/novosti/491936>). Был проведен рентгенофазовый полуколичественный анализ и сравнительный анализ методом главных компонент. Результаты приведены на рис.1-8 и в таблицах 1-2.

Анализировались образцы трех карьеров: карьеры №1 и №2, материал из которых использовался при строительстве насыпи, и образцы с насыпи. Карьер №3 находится в том же регионе, но к экспертизе прямого отношения не имеет.

Образцы отбирали из карьера и из насыпи, одинаковые по морфологическому облику и гранулометрическому составу. Проведен рентгенофазовый¹ анализ нативных проб, образцов после усреднения (перетертые и пропущенные через сито) и выделенной фракции 0,05-0,1мм (после растворения навески 5 г в 2М HCl).

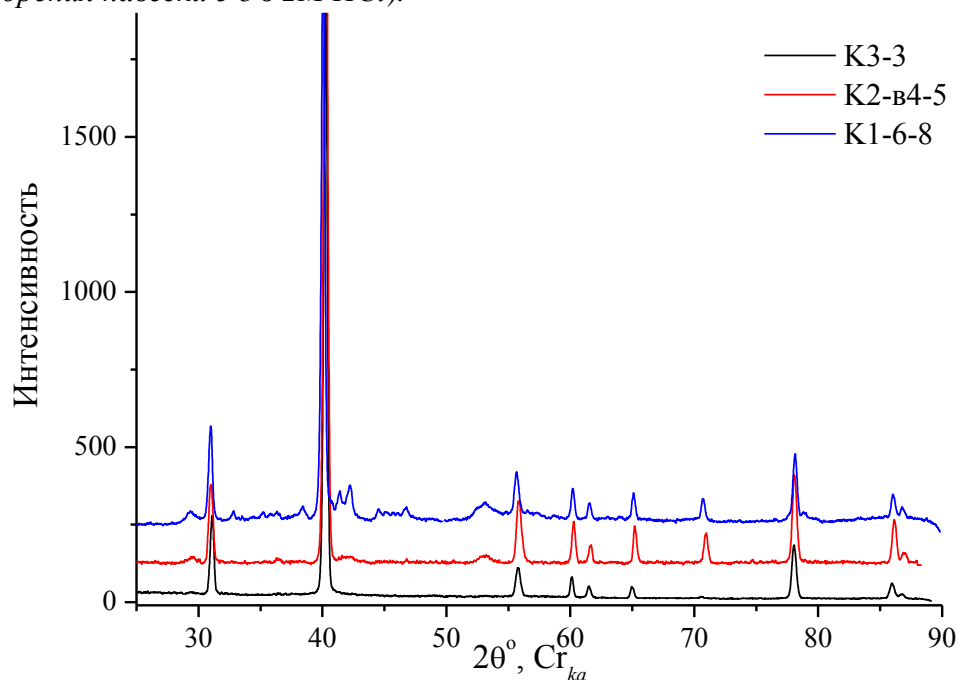


Рис.1. Дифрактограммы типичных образцов карьеров №1, №2 и №3 (с максимальным содержанием кварца)

¹ Условия съемки: рентгено-оптическая схема $\theta-\theta$, острофокусная трубка БСВ-33, напряжение на трубке 25 кВ, ток 5 мА, размер фокусного пятна 1,5 мм, анод – Cr- $k\alpha$ (2.2909 Å), изогнутый позиционно-чувствительный детектор, диапазон одновременной регистрации 55 град, экспозиция 300 сек/диапазон. Образец без дополнительного перетиранья, запресовывался в кювету из оргстекла. Калибровка детектора осуществлялась по внешнему эталону Al₂O₃. Программный комплекс Diffract (см. рис 5-8)



Таблица 1. Полуколичественный фазовый анализ усредненных образцов карьеров

образец	Кварц SiO ₂ , %	Полевые шпаты	Карбонаты доломит	Глинистые/слюдистые минералы	Другое
Карьер №1					
K1-1	87	10 (San)	-	3 (Mus)	
K1-2	87	8 (San)	-	4 (Mus)	1 (Chl)
K1-3	90	1 (San)	8	3 (Mus)	1 (Chl)
K1-14	59	3 (Alb+Ort)	39	-	
K1-15	24	3 (Alb+Ort)	71	2 (Illit)	
K1-16	-	20 (San)	-	80 (Bt+Illit +Lpd)	
K1-4-6	21	2 (Micr+Ort)	73	4 (Lpd)	
K1-5-9	15	3 (Alb+Ant)	78	4 (Mus+Bt+Illit)	
K1-6-8	91	5 (Alb+Ant)	2	2 (Mus)	
K1-7-9	60	2 (Alb+Ant)	35	2 (Mus)	
K1-8-13	15	3 (Alb+Ant)	78	4 (Mus+Bt+Illit)	
K1-н6-10	23	3 (Micr+San)	73	-	1 диопсид
Карьер №2					
K2-вг1-1	94	4 (Alb+Ant)	-	2 (Mus)	
K2-вг2-2	94	4 (Alb+Ant)	-	2 (Mus)	
K2-н3-3	97	2 (Alb+Ant)	-	1 (Mus)	-
K2-н3-6	98	-	-	2 (Mus)	-
K2-н3-7	95	3 (Alb+Ant)	-	2 (Mus)	-
K2-н3-8	99	-	-	-	2
K2-н3-9	99	-	-	-	2
K2-н4-5	98	-	-	2 (Mus)	-
Карьер №3					
K3-1	100	-	-	-	-
K3-3	100	-	-	-	-
K3-4	100	-	-	-	-

Примечание: На неустановленные фазы приходится около 1%. Условные обозначения: доломит 110078, ортоклаз -20475 (Ort), альбит 30508(Alb), кварц -120708 (Qu), лепидолит 420612 (Lpd), иллит 240495 (Illit), анортит 200528(Ant), санидин (San), биотит 20057 (Bt), мусковит 461311 (Mus), микроклин (PDF-190926) (Micr), диопсид (PDF-251217)

Приведенные в таблице 1-2 данные фазового полуколичественного анализа рассчитаны по соотношению максимальных пиков на дифрактограмме без учета массовых коэффициентов поглощения фаз (погрешность определения 1-3%). На неустановленные кристаллические фазы приходится около 1%. Содержание аморфных фаз не определялось.

Как видно из таблицы 1, основным критерием для разделения образцов карьеров является содержание кварца в пробах – для карьера №3 характерно 100% содержание в пробах кварца, образцов карьера №2 – «среднее» (от 94 до 99%), образцов карьера №1 – «низкое» (меньше 90%). Кроме того, наличие в образцах карьера №1 доломита, позволяет разделить образцы на условно «кварцевые» и «доломитные».

Проведенный фазовый полуколичественный анализ и сравнительный анализ 12 образцов фракции > 0,05-0,1мм, выделенной после растворения навески 5 г в 2М HCl, показал, что пробоподготовка существенно влияет на результаты фазового анализа. В результате растворения образцов в соляной кислоте удалось существенно снизить концентрацию доломита в них (с 70 до 1%). Результаты приведены на рис. 2-4 и в таблице 2.

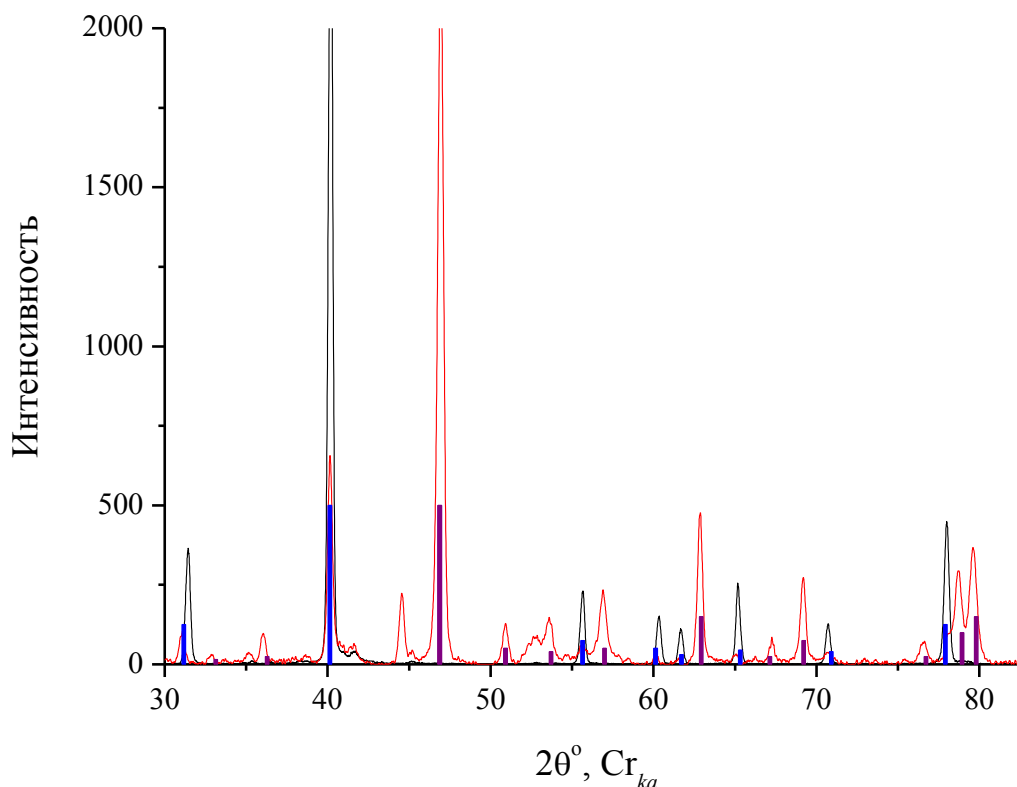


Рис.2. Дифрактограммы образцов карьеров №1 К1-4-6 до растворения в соляной кислоте (красный спектр) и после (черный спектр) и штрих-диаграммы образцов SiO₂ (#1-649, синий цвет) и Ca,Mg(CO₃)₂ (#11-078, фиолетовый цвет) из базы дифракционных данных PDF-2.

Таблица 2. Полуколичественный фазовый анализ выделенной фракции проб из карьера №1

образец	Кварц SiO ₂ , %	Полевые шпаты	Карбонаты доломит	Глинистые/слюдистые минералы
1-15	95	3 (Snd+Ort)	2	-
1-4-6	97	3 (Snd+Alb)	-	-
1-5-7	95	3 (Alb)	-	2
1-5-9	96	3 (Snd)	1	-
1-6-10	96	2+1 (Ort +Alb)	1	-
1-7-12	95	3 (Ort)	1	-
1-7-11	95	3 (Alb+Ort)	-	2 (lpd)
1-8-13	95	3 (Alb)	1	1
7-11	91	7 (Alb+Micr)	1	1 (Plg)
1-6-8	84	15 (Ort+Alb)	1	-
1-5-12	20	4 (Ort)	76	-
1-5-11	87	7 (Ort)	4	2 (Plg)

Примечание: Условные обозначения: доломит 110078, ортоклаз -20475 (Ort), альбит 30508(Alb), кварц -120708 (Qu), лепидолит 420612 (Lpd), анортит 200528(Ant), санидин (San), микролин (PDF-190926) (Micr), Plg – палыгорскит (PDF- 210958).

Как видно из таблицы 2, минеральный состав образцов достаточно однообразный, исключения составляют №1-5-12 и №15-11 (содержащий 76 и 4 % доломита, соответственно), а также образец № 1-6-8 – (высокое содержание полевых шпатов). Кроме того, в образцах 1-5-11, 1-5-12, 1-5-7, 1-6-8 и 7-11 на дифрактограммах более высокий уровень фона, что может говорить о наличии в этих образцах ультрадисперсных материалов, типа глин.



Пример работы поиска по базе дифракционных данных в программном комплексе Diffrac:

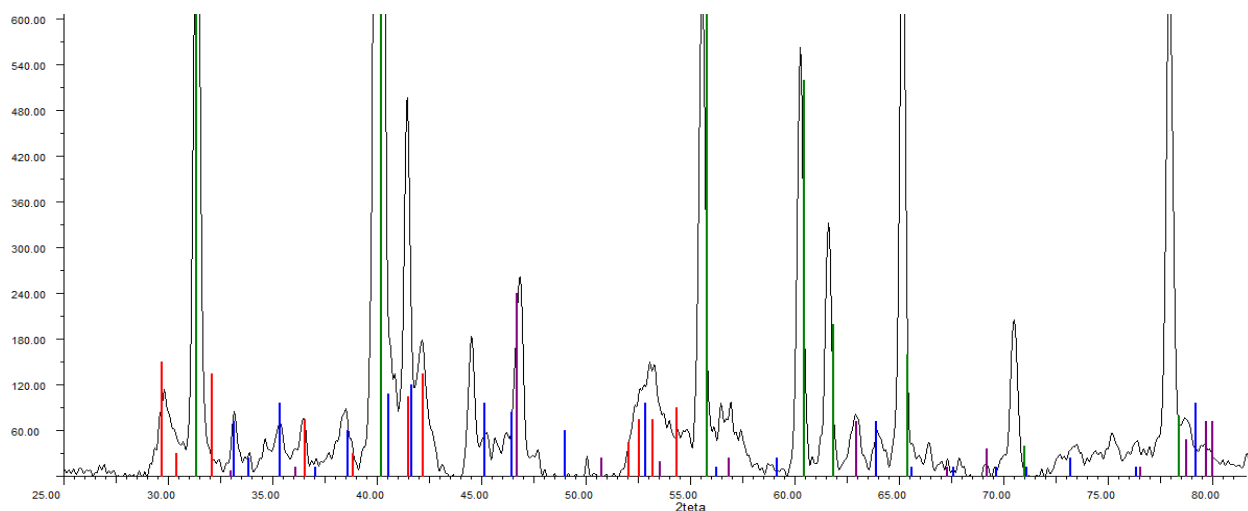


Рис.3. Фрагмент дифрактограммы образца 1-5-11 (зеленая итрих-диаграмма – кварц, фиолетовая– доломит, синяя- ортоклаз, красная - палыгорскит)

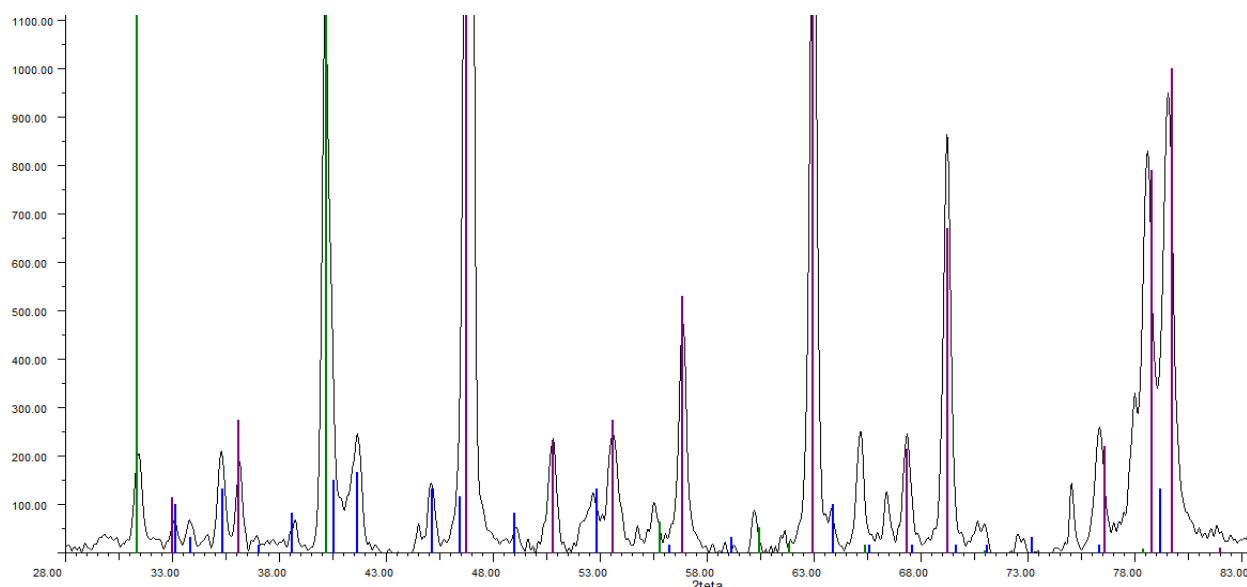


Рис.4. Фрагмент дифрактограммы образца 1-5-12 (зеленая итрих-диаграмма – кварц, фиолетовая– доломит, синяя- ортоклаз)

ВЫВОДЫ

1. Показана возможность применения приборно-методического комплекса Дифрей для рентгенодифракционного анализа образцов почв при криминалистических экспертизах.
2. Фазовый анализ почв карьеров позволяет определить общий минеральный состав, а так же выявить специфические особенности проб (наличие или отсутствие тех или иных фаз).
3. Полуколичественный фазовый анализ позволяет на основании данных о концентрации фаз в образцах разделять их по количественному критерию.