

ВЛИЯНИЕ ПРОЦЕССА ПРОБОПОДГОТОВКИ НА РЕЗУЛЬТАТЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ФАЗОВОГО И ХИМИЧЕСКОГО СОСТАВА МИНЕРАЛЬНЫХ УДОБРЕНИЙ И КОРМОВЫХ ФОСФАТОВ

А.А. Максимова, С.П. Романова, В.В. Соколов, А.С. Соколова, И.М. Кочетова

Анна Александровна Максимова (ORCID 0009-0008-3212-5250)*, София Павловна Романова (ORCID 0009-0005-1008-1080), Валерий Васильевич Соколов (ORCID 0009-0001-0383-3943), Алена Сергеевна Соколова (ORCID 0009-0000-4045-0098), Инна Маратовна Кочетова (ORCID 0009-0006-0345-3816)

АО «Научно-исследовательский институт по удобрениям и инсектофунгицидам им. проф. Я.В. Самойлова», Северное шоссе, 75, Череповец, Российская Федерация, 162625

E-mail: anya.arkhipova2010@yandex.ru*, sonia.-94@mail.ru, bbc1953@mail.ru, miller.03@yandex.ru, inna_kocetova@mail.ru

В работе рассмотрены особенности подготовки пробы при определении показателей качества минеральных удобрений и кормовых фосфатов. При определении массовой доли воды в монокальцийфосфате в процессе высушивания пробы при температуре (100-105) °С помимо гигроскопической влаги происходит удаление углекислого газа, который образуется в результате реакции нейтрализации свободной фосфорной кислоты с непрореагировавшим мелом. Это отражается на величине потери массы образцом, и, соответственно, на результатах измерения массовой доли воды в монокальцийфосфате. Представлены результаты определения фазового состава образцов монокальцийфосфата при растирании до 160 мкм и до 40 мкм. Установлено, что при растирании пробы монокальцийфосфата до 40 мкм происходит увеличение содержания моногидрата дигидроортофосфата кальция. Это указывает на активно протекающий процесс сорбции образцом монокальцийфосфата влаги из окружающего воздуха, так как активность паров воды в окружающем воздухе. Выявлено продолжение протекания реакции нейтрализации остаточной фосфорной кислоты мелом при высушивании проб монокальцийфосфата при 80 °С в процессе пробоподготовки для определения массовой доли свободной фосфорной кислоты. Это приводит к искажению получаемых результатов измерений. Представлены результаты определения фазового состава модельных смесей реактивных солей. Показано увеличение степени протекания конверсионных реакций между компонентами в исследуемых модельных смесях, происходящее в результате растирания пробы при ее подготовке для определения фазового состава методом рентгеновской дифрактометрии. Таким образом, следует учитывать влияние пробоподготовки на результаты определения фазового состава комплексных минеральных удобрений.

Ключевые слова: пробоподготовка, кормовые фосфаты, минеральные удобрения, монокальцийфосфат, фазовый анализ, химический анализ

THE EFFECT OF THE SAMPLE PREPARATION PROCESS ON THE RESULTS OF DETERMINING THE PHASE AND CHEMICAL COMPOSITION OF MINERAL FERTILIZERS AND FEED PHOSPHATES

A.A. Maksimova, S.P. Romanova, V.V. Sokolov, A.S. Sokolova, I.M. Kochetova

Anna A. Maksimova (ORCID 0009-0008-3212-5250) *, Sofia P. Romanova (ORCID 0009-0005-1008-1080), Valery V. Sokolov (ORCID 0009-0001-0383-3943), Alena S. Sokolova (ORCID 0009-0000-4045-0098), Inna M. Kochetova (ORCID 0009-0006-0345-3816)

Joint Stock Company «The Research Institute for Fertilizers and Insecto-Fungicides Named after Professor Y. Samoilov », Severnoe shosse, 75, Cherepovets, 162625, Russia

E-mail: anya.arkhipova2010@yandex.ru*, sonia.-94@mail.ru, bbc1953@mail.ru, miller.03@yandex.ru, inna_kocetova@mail.ru

The paper considers the features of sample preparation in determining the quality parameters of mineral fertilizers and feed phosphates. When determining the mass fraction of water in monocalcium phosphate during drying of the sample at a temperature of (100–105) °C, in addition to hygroscopic moisture, carbon dioxide is removed, which is formed because of the neutralization reaction of free phosphoric acid with unreacted chalk. This is reflected in the amount of mass loss of the sample, and, accordingly, in the results of measuring the mass fraction of water in monocalcium phosphate. The results of determining the phase composition of monocalcium phosphate samples when grinding to 160 and 40 µm are presented. It was found that when grinding to 40 µm an increase in the content of calcium dihydroorthophosphate monohydrate in the monocalcium phosphate sample occurs. This indicates an active water sorption process from the surrounding air by the monocalcium phosphate sample. The continuation of the neutralization reaction between residual phosphoric acid with chalk during drying of monocalcium phosphate samples at 80 °C during sample preparation to determine the mass fraction of free phosphoric acid is revealed. This leads to a distortion of the results obtained. The results of determining the phase composition of model mixtures of reactive salts are presented. An increase in the degree of conversion reactions between components in model mixtures of salts is shown, which occurs because of grinding the sample during its preparation for determining the phase composition by the XRD method. With this in mind, the influence of sample preparation on the results of determining the phase composition of complex mineral fertilizers should be taken into account.

Keywords: sample preparation, feed phosphates, mineral fertilizers, monocalcium phosphate, phase analysis, chemical analysis

Для цитирования:

Максимова А.А., Романова С.П., Соколов В.В., Соколова А.С., Кочетова И.М. Влияние процесса пробоподготовки на результаты определения фазового и химического состава минеральных удобрений и кормовых фосфатов. *Изв. вузов. Химия и хим. технология*. 2025. Т. 68. Вып. 5. С. 20–27. DOI: 10.6060/ivkkt.20256805.4f.

For citation:

Maksimova A.A., Romanova S.P., Sokolov V.V., Sokolova A.S., Kochetova I.M. The effect of the sample preparation process on the results of determining the phase and chemical composition of mineral fertilizers and feed phosphates. *ChemChemTech [Izv. Vyssh. Uchebn. Zaved. Khim. Khim. Tekhnol.]*. 2025. V. 68. N 5. P. 20–27. DOI: 10.6060/ivkkt.20256805.4f.

ВВЕДЕНИЕ

Задачей качественного и количественного химического анализа является определение содержания элементов, входящих в состав анализируемых объектов. Основное требование при анализе заключается в том, чтобы полученные результаты измерений отображали подлинное содержание элементов в анализируемом объекте [1, 2]. Достигнуть этого можно только в случае, если все процедуры анализа выполнены безошибочно.

Процедура отбора и подготовки пробы является одной из важнейших для получения достоверных аналитических результатов измерений, так как некачественная подготовка проб может привести к искажению результатов измерений, потере времени, повышенному расходу материалов и реактивов.

Целью настоящей работы является исследование и оценка степени влияния процесса пробоподготовки на результаты определения фазового и

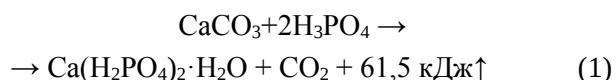
химического состава сложных минеральных удобрений и кормовых фосфатов.

Кормовые фосфаты – высококонцентрированные минеральные добавки, содержащие два основных питательных элемента: фосфор и кальций [3, 4]. К кормовым фосфатам относят фосфаты кальция (монокальцийфосфат, дикальцийфосфат, монодикальцийфосфат), моно- и динатрийфосфаты, моно- и диаммонийфосфаты, фосфат карбамида [5].

Особый интерес представляет обесфторенный фосфат кальция – монокальцийфосфат кормовой (МКФ). МКФ представляет собой мелкозернистое сыпучее вещество от светло-серого до темно-серого цвета. Монокальцийфосфат применяется в качестве кормовой добавки для обогащения и балансирования рационов продуктивных и непродуктивных животных, в том числе и птицы, по фосфору и кальцию, а также для приготовления комбикормов. Преимуществом МКФ перед другими кормовыми фосфатами является более высокая усвояемость, эффективность использования и со-

ответствие высоким экологическим требованиям к производству кормовых смесей [5-8].

Процесс производства МКФ основан на нейтрализации полифосфорной экстракционной кислоты природным мелом (или известью) и гранулировании полученной смеси в смесителе – грануляторе с последующей сушкой, рассевом и охлаждением готового продукта [3, 4, 9]:



Реакция (1) протекает с выделением тепла [3]. Для обеспечения наиболее полного протекания целевой реакции (1), процесс нейтрализации кислоты проводят с небольшим избытком мела до содержания его в готовом продукте в диапазоне от 1% до 3%. При этом процесс является гетерогенным и может протекать остаточным в готовом продукте (МКФ) [10]. При контроле технологического режима и качества готового продукта определяют массовую долю воды и свободной фосфорной кислоты в МКФ, а также показатель активности ионов водорода [12-15].

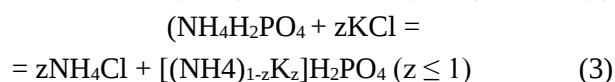
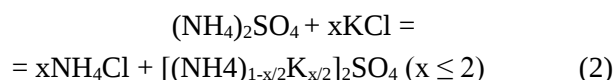
Для проведения испытаний при определении показателя активности ионов водорода, массовой доли воды и свободной фосфорной кислоты образец МКФ подвергается предварительной подготовке: квартованию и измельчению [9, 13, 16]. При определении массовой доли свободной фосфорной кислоты образец МКФ дополнительно сушат при 100 °С в течение 3 ч [9, 15].

Ранее установлено [9], что на стадии подготовки пробы, при измельчении образца МКФ в результате механоактивации непрореагировавший мел в составе МКФ начинает реагировать со свободной фосфорной кислотой. При определении массовой доли воды в МКФ при температуре (100-105) °С помимо гигроскопической влаги [15] происходит удаление углекислого газа, который образуется в результате реакции нейтрализации свободной фосфорной кислоты с непрореагировавшим мелом. Это отражается на величине потери массы образцом, и, соответственно, приводит к завышению результатов измерения массовой доли воды в МКФ.

Также в результате увеличения степени протекания реакции нейтрализации свободной фосфорной кислоты с непрореагировавшим мелом при интенсивном измельчении образца происходит занижение определяемой массовой доли свободной фосфорной кислоты [9].

Явление механоактивации [17] при подготовке пробы имеет место также и при определении фазового состава комплексных NPK-удобрений.

Исследованию конверсионных процессов, протекающих в объеме гранул сложных минеральных удобрений посвящено значительное количество исследований [18-23]. В ряде работ [20, 21] для NPK-удобрений описано изоморфное замещение ионов аммония и калия с образованием твердых растворов как на сульфатной, так и на фосфатной основе:



В работах [20, 21] на основании результатов рентгенофазового анализа предполагается, что замещение ионов аммония на ионы калия по реакции (2) с образованием твердых растворов состава $[(\text{NH}_4)_{1-x/2}\text{K}_{x/2}]_2\text{SO}_4$ достигает в различных марках NPK-удобрений (20-30)%, при этом происходит соответствующее уменьшение количества исходного KCl и увеличение количества образовавшегося NH_4Cl .

Однако при интерпретации данных рентгенофазового анализа авторы не учитывают влияния механического воздействия в процессе растирания пробы, которое приводит к увеличению скорости протекания твердофазных реакций в образце [24].

В работах [25, 26] с применением неразрушающих методов анализа – рентгеновской микротомографии и сканирующей электронной микроскопии – установлено, что в сложных NPK-удобрениях, получаемых на основе фосфатов аммония путем введения сырьевых компонентов $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ KCl) в сухом виде в поток ретурна, конверсионные взаимодействия протекают в минимальной степени.

МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

Для исследования влияния процесса измельчения на фазовый состав МКФ выполнили рентгенофазовый анализ на дифрактометре TDM-20 фирмы Tongda. Все образцы МКФ перед измерениями растирали в агатовой ступке до 40 мкм и 160 мкм в течение 30 мин. Съемку всех дифрактограмм выполняли в диапазоне углов Θ от 3° до 90°, режим работы трубки – 30 кВ/10 мА, в режиме непрерывного сканирования, время экспозиции в точке – 5 с, шаг сканирования – 0,01°, атмосфера – воздух, при вращении образца. Идентификацию фаз проводили с использованием программного обеспечения «QualX». Количественный анализ выполняли с помощью программного обеспечения «Profex» по методу Ритвельда без учета аморфной фазы.

Для оценки влияния процесса предварительной сушки на результат измерений определяли массовую долю свободной фосфорной кислоты в предварительно высушенных и исходных образцах МКФ. Определения свободной фосфорной кислоты выполняли титриметрическим методом, основанным на извлечении свободной фосфорной кислоты из пробы ацетоном. Температуру сушки выбирали с учетом ранее выполненных исследований [9]. Высушивание образцов МКФ выполняли при температуре 60 °С и 80 °С.

С целью оценки влияния механического воздействия при растирании пробы методом рентгенофазового анализа определяли фазовый состав смесей реактивных солей хлорида калия и сульфата аммония, приготовленных в соотношении 1:1 и высушенных при температуре 63 °С до постоянной массы, растертых совместно и по отдельности. Таким же образом проанализировали смесь хлорида калия с дигидроортофосфатом аммония. Растирание образцов проводили в агатовой ступке до среднего размера частиц 10 мкм. Контроль фракционного состава исследуемых образцов выполняли методом динамического рассеяния света на лазерном

дифракционном анализаторе Analysette 22 фирмы Fritsch. Качественный и количественный анализ проводили в двух аналитических лабораториях: на дифрактометре XRD-7000 фирмы Shimadzu (расчет содержания фаз выполняли с применением полнопрофильного метода Ритвельда) и на дифрактометре X-pert фирмы Phillips (расчет содержания фаз выполняли методом внутреннего стандарта). В случае применения метода внутреннего стандарта содержание рентгеноаморфной фазы (%) рассчитывали по формуле

$$X_{\text{ам.ф}} = 100 - X, \quad (4)$$

где X – суммарное содержание кристаллических фаз.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Результаты определения фазового состава образца монокальцийфосфата представлены в табл. 1.

Погрешность количественного рентгенофазового анализа для анализируемых образцов МКФ не оценивалась.

Дифрактограммы монокальцийфосфата представлены на рис. 1.

Таблица 1

Результаты качественного и количественного рентгенофазового анализа монокальцийфосфата
Table 1. Results of qualitative and quantitative X-ray phase analysis of monocalcium phosphate

Наименование фазы	Химическая формула фазы	М.д. фаз в измельченной пробе, %	
		160 мкм	40 мкм
Дигидроортофосфат кальция моногидрат	$\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$	58	63
Дигидроортофосфат кальция	$\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2$	29	23
Карбонат кальция	CaCO_3	3	2
Гидрофосфат кальция	CaHPO_4	5	6
Сульфат кальция полугидрат	$\text{CaSO}_4 \cdot 0,5\text{H}_2\text{O}$	5	6
Кузелит*	$\text{Ca}_4\text{Al}_2(\text{OH})_{12}\text{SO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	<1	<1

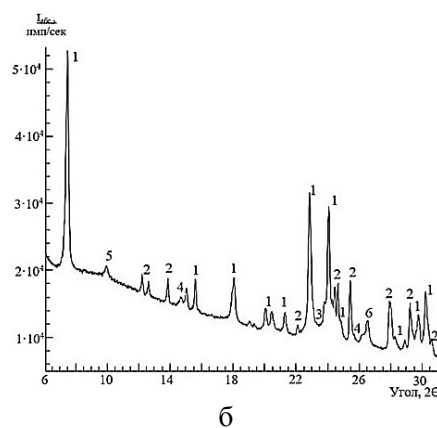
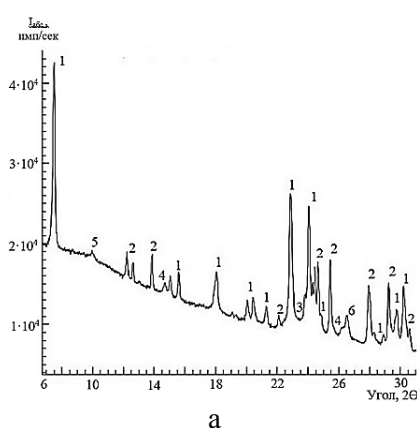


Рис. 1. Дифрактограммы монокальцийфосфата в зависимости от степени измельчения: а) измельчен до фракции 160 мкм и б) измельчен до фракции 40 мкм: 1 – $\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$; 2 – $\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2$; 3 – CaCO_3 ; 4 – $\text{CaSO}_4 \cdot 0,5\text{H}_2\text{O}$; 5 – $\text{Ca}_4\text{Al}_2(\text{OH})_{12}\text{SO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$; 6 – CaHPO_4
Fig. 1. Diffractograms of monocalcium phosphate depending on the degree of grinding: а) crushed to a fraction of 160 μm and б) crushed to a fraction of 40 μm: 1 – $\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$; 2 – $\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2$; 3 – CaCO_3 ; 4 – $\text{CaSO}_4 \cdot 0,5\text{H}_2\text{O}$; 5 – $\text{Ca}_4\text{Al}_2(\text{OH})_{12}\text{SO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$; 6 – CaHPO_4

Из представленных в табл. 1 данных можно отметить, что при растирании пробы до 40 мкм происходит увеличение содержания моногидрата дигидроортофосфата кальция, то есть фаза дигидроортофосфата кальция в процессе растирания пробы МКФ частично переходит в моногидрат. Это может быть связано с длительностью подготовки пробы (растирание пробы в течение 30 мин), в процессе которой происходит сорбция образцом МКФ влаги из окружающего воздуха, так как активность паров воды над образцом МКФ на порядок ниже активности паров воды в окружающем воздухе [11].

Сравнительные результаты массовой доли свободной фосфорной кислоты при разной подготовке к анализу представлены на рис. 2.

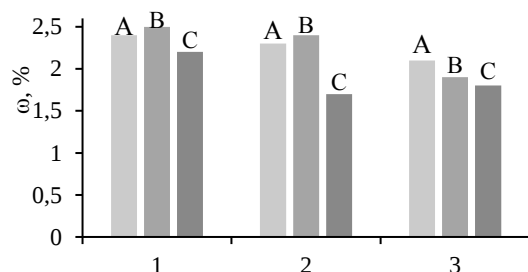


Рис. 2. Результаты измерений массовой доли свободной фосфорной кислоты (ω) от предварительной сушки монокальций-фосфата: 1, 2, 3 – номер образца; А – исходная проба; В – проба, высушенная при 60 °С; С – проба, высушенная при 80 °С

Fig. 2. Measurement results of the mass fraction of free phosphoric acid (ω) from the pre-drying of monocalcium phosphate: 1, 2, 3 - sample number; A – initial sample; B - sample dried at 60 °C; C – sample dried at 80 °C

Из приведенных на рис. 2 данных видно, что в результате предварительного высушивания МКФ перед анализом массовая доля свободной фосфорной кислоты снижается. Можно предположить, что с повышением температуры вязкость фосфорной кислоты уменьшается, что приводит к более интенсивному протеканию процесса нейтрализации кислоты мелом. При протекании реакции по уравнению (1) происходит выделение углекислого газа. В связи с этим в процессе высушивания проба МКФ теряет не только гигроскопическую влагу, но и углекислый газ, что отражается на величине потери массы образцом, и, соответственно, на результатах измерения массовой доли воды в МКФ.

Приемлемость полученных результатов массовой доли свободной фосфорной кислоты (рис. 2) оценивали на основе внутрилабораторной прецизионности, рассчитанной из имеющегося массива данных.

С учетом литературных [9] и экспериментальных данных (рис. 2) рекомендуется перед определением массовой доли свободной фосфорной кислоты подвергать образцы МКФ предварительному высушиванию при температуре не выше 60 °С для удаления гигроскопической влаги.

Результаты определения фазового состава модельных смесей реактивных солей KCl и $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ и KCl и $(\text{NH}_4)\text{H}_2\text{PO}_4$ представлены в табл. 2-3.

Таблица 2

Результаты качественного и количественного рентгенофазового анализа смеси KCl и $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$, приготовленных в соотношении 1:1 и высушенных до постоянной массы

Table 2. The results of qualitative and quantitative X-ray phase analysis of a mixture of KCl and $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ prepared in a 1:1 ratio and dried to a constant weight

Способ подготовки смеси	XRD-7000 Shimadzu		X-pert Phillips	
	Фазовый состав	М.д. фаз (метод Ритвельда), %	Фазовый состав	М.д. фаз (метод внутреннего стандарта), %
Растрерты по отдельности	KCl	49,1	KCl	50,0
	$(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$	48,2	$(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$	34,0
	NH_4Cl	0,9	NH_4Cl	1,5
	$((\text{NH}_4)_{0,30},\text{K}_{0,70})_2\text{SO}_4$	1,8	$((\text{NH}_4)_{0,30},\text{K}_{0,70})_2\text{SO}_4$	2,5
	-	-	$((\text{NH}_4)_{0,31},\text{K}_{0,69})_2\text{SO}_4$	Менее 1
	-	-	Рентгеноаморфная фаза	11,0
Растрерты совместно	KCl	23,7	KCl	50,0
	$(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$	46,7	$(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$	33,0
	NH_4Cl	5,2	NH_4Cl	2,0
	$((\text{NH}_4)_{0,30},\text{K}_{0,70})_2\text{SO}_4$	3,6	$((\text{NH}_4)_{0,30},\text{K}_{0,70})_2\text{SO}_4$	2,5
	$(\text{NH}_4,\text{K})\text{Cl}$	20,9	$((\text{NH}_4)_{0,31},\text{K}_{0,69})_2\text{SO}_4$	2,0
	-	-	Рентгеноаморфная фаза	10,5

Таблица 3

Результаты качественного и количественного рентгенофазового анализа смеси KCl и $(\text{NH}_4)\text{H}_2\text{PO}_4$, приготовленных в соотношении 1:1 и высушенных до постоянной массы
 Table 3. Results of qualitative and quantitative X-ray phase analysis of a mixture of KCl and $(\text{NH}_4)\text{H}_2\text{PO}_4$ prepared in a 1:1 ratio and dried to a constant weight

Способ подготовки смеси	XRD-7000 Schimadzu		X-pert Phillips	
	Фазовый состав	М.д. фаз (метод Ритвельда), %	Фазовый состав	М.д. фаз (метод внутреннего стандарта), %
Растерты по отдельности	KCl	41,5	KCl	53,0
	$(\text{NH}_4)\text{H}_2\text{PO}_4$	45,8	$(\text{NH}_4)\text{H}_2\text{PO}_4$	36,0
	$((\text{NH}_4)_{0,63},\text{K}_{0,37})\text{H}_2\text{PO}_4$	5,5	$((\text{NH}_4)_{0,89},\text{K}_{0,11})\text{H}_2\text{PO}_4$	10,0
	$(\text{NH}_4,\text{K})\text{Cl}$	7,2	$(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$	1,0
Растерты совместно	KCl	41,4	KCl	50,0
	$(\text{NH}_4)\text{H}_2\text{PO}_4$	39,2	$(\text{NH}_4)\text{H}_2\text{PO}_4$	36,0
	$((\text{NH}_4)_{0,63},\text{K}_{0,37})\text{H}_2\text{PO}_4$	11,4	$((\text{NH}_4)_{0,89},\text{K}_{0,11})\text{H}_2\text{PO}_4$	7,0
	$(\text{NH}_4,\text{K})\text{Cl}$	20,9	$(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$	7,0

Рентгенофазовый анализ смеси хлорида калия и сульфата аммония, растертых отдельно, показал присутствие в образцах хлорида аммония и твердых растворов. Это свидетельствует о протекании твердофазной реакции между исходными компонентами. При этом совместное растирание привело к существенному увеличению содержания NH_4Cl , $((\text{NH}_4)_{0,30},\text{K}_{0,70})_2\text{SO}_4$ и $((\text{NH}_4)_{0,31},\text{K}_{0,69})_2\text{SO}_4$.

Результаты рентгенофазового анализа смеси KCl и $(\text{NH}_4)\text{H}_2\text{PO}_4$ также указывают на протекание конверсионных процессов между исходными солями (табл. 3). Во всех исследуемых образцах смеси KCl с $(\text{NH}_4)\text{H}_2\text{PO}_4$ (растертых совместно и отдельно) обнаружены твердые растворы $((\text{NH}_4)_{1x/2},\text{K}_{x/2})\text{H}_2\text{PO}_4$. При этом в образцах, где растирание исходных компонентов проводилось совместно, отмечается увеличение содержания твердых растворов.

Таким образом, показано увеличение степени протекания конверсионных процессов в исследованных смесях солей, происходящее в результате растирания пробы при ее подготовке для рентгенофазового анализа. Данный факт следует учитывать при исследовании фазового состава сложных солевых систем и интерпретации полученных результатов.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Таким образом, установлено, что в процессе пробоподготовки при растирании пробы МКФ в ага-

товой ступке в течение 30 мин на воздухе происходит увеличение содержания моногидрата дигидроортофосфата кальция в составе пробы. При интерпретации результатов рентгенофазового анализа в пробах МКФ следует учитывать влияние пробоподготовки на протекание гетерогенных процессов в готовом продукте.

Показано, что при высушивании пробы МКФ при температуре 80 °C перед определением массовой доли свободной фосфорной кислоты продолжается процесс нейтрализации фосфорной кислоты мелом, что приводит к искажению получаемых результатов анализа. Рекомендовано перед определением массовой доли свободной фосфорной кислоты подвергать образцы МКФ предварительному высушиванию при температуре не выше 60 °C для удаления гигроскопической влаги.

При исследовании фазового состава сложных солевых систем (в том числе комплексных минеральных удобрений) и интерпретации полученных результатов следует учитывать влияние пробоподготовки на протекание обменных твердофазных реакций между компонентами.

БЛАГОДАРНОСТЬ И ФИНАНСИРОВАНИЕ

Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов, требующего раскрытия в данной статье.

The authors declare the absence of a conflict of interest warranting disclosure in this article.

ЛИТЕРАТУРА

1. Причард Э., Барвик В. Контроль качества в аналитической химии. СПб.: ЦОП «Профессия». 2014. 320 с. DOI: 10.4324/9781315042787.

REFERENCES

1. Pritchard E., Barvik V. Quality assurance in analytical chemistry. SPb.: PSC "Professiya". 2014. 320 p. (in Russian). DOI: 10.4324/9781315042787.

2. **Терещенко А.Г., Пикула Н.П.** Внутрелабораторный контроль качества результатов химического анализа. Томск: SST. 2017. 266 с.
3. ИТС 19-2016 Производство твердых и других неорганических химических веществ. М.: Бюро НДТ. 2016. 61 с.
4. **Su A Lee, Diego A Lopez, Hans H Stein.** Mineral composition and phosphorus digestibility in feed phosphates fed to pigs and poultry. *Animal Biosci.* 2022. V. 36. N 2. P. 167-174. DOI: 10.5713/ab.22.03220.
5. **Петропавловский И.А.** Технология минеральных удобрений. СПб.: Проспект Науки. 2018. 312 с.
6. **Козловски К., Зенф Й.** Новое в использовании кормовых фосфатов. *Комбикорма.* 2017. № 9. С. 83 – 84.
7. **Герасимова В.М., Румянцева А.А., Максимова К.А.** Кормовая добавка – монокальцийфосфат. *Modern Science.* 2020. № 12-3. С. 38 – 41.
8. **Ланцов А.В., Минаков В.Н.** Эффективность использования монокальцийфосфата и микроэлементов в кормлении племенных бычков. Проблемы и перспективы развития животноводства: материалы Междунар. науч.-практ. конф. посвящ. 85-летию биотехнол. фак. 2018. С 86 – 88.
9. **Соколов В.В., Романова С.П.** Исследование физико-химических характеристик кормового монокальцийфосфата. Череповецкий научные чтения-2017. Материалы Всерос. науч.-практ. конф. 2018. Часть 3. С. 208 – 210.
10. **Gilmour R.** Phosphoric acid: Purification, Uses, Technology, and Economics. New York: CRC Press Taylor and Francis Group. 2014. 334 p. DOI: 10.1201/b16187.
11. **Архипова А.А.** Особенности определения физико-химических характеристик монокальцийфосфата в технологии получения фосфатов обесфторенных кормовых. Химия и хим. технология в XXI веке. Материалы XXIII Междунар. науч.-практ. конф. студ. и молод. уч. им. выд. хим. Л.П. Кулѐва и Н.М. Кижнера. Томск. 2022. Том 1. С. 29 – 30.
12. ГОСТ 24596.0-2015 Фосфаты кормовые. Общие требования к методам анализа. М.: Стандартинформ. 2020. 9 с.
13. ГОСТ 24596.1-2015 Фосфаты кормовые. Методы отбора и подготовки проб для анализа. М.: Стандартинформ. 2020. 9 с.
14. ГОСТ 24596.5-2015 Фосфаты кормовые. Метод определения показателя активности водородных ионов. М.: Стандартинформ. 2020. 10 с.
15. ГОСТ 24596.6-2015 Фосфаты кормовые. Методы определения влаги. М.: Стандартинформ, 2020. 13 с.
16. **Курбаниязов Р.К., Худойбердиев Ж.Х., Реймов А.М., Намазов Ш.С., Раджапов Р., Сейтназаров А.Р.** Характеристика желваковых фосфоритов Каракалпакстана и их переработка в гранулированный простой суперфосфат. *Изв. вузов. Химия и хим. технология.* 2025. Т. 68. Вып. 1. С. 109-119. DOI: 10.6060/ivkkt.20256801.7007.
17. **Гордина Н.Е., Мельников А.А., Гусев Г.И., Гушин А.А., Румянцев Р.Н., Астраханцева И.А.** Использование механохимической и плазмохимической обработок при синтезе каталитических систем на основе вермикулита и оксихлорида циркония. *Изв. вузов. Химия и хим. технология.* 2022. Т. 65. Вып. 5. С. 43-57. DOI:10.6060/ivkkt.20226505.6612.
18. **Гаврилюк А.Н., Дормешкин О.Б.** Исследование физико-химических превращений, протекающих в объеме гранул комплексных минеральных удобрений в процессе хранения. *Тр. БГТУ. Сер. 2: Хим. технологии, биотехнология, геоэкология.* 2021. № 1 (241). С. 126-138. DOI: 10.52065/2520-2669-2021-241-1-126-138.
19. **Дормешкин О.Б.** Особенности химических превращений, протекающих на стадии гранулирования и сушки
2. **Tereshchenko A.G., Pikula N.P.** Intralaboratory quality control of results of chemical analysis. Tomsk: SST. 2017. 266 p. (in Russian).
3. ITS 19-2016 Production of solid and other inorganic chemicals. M.: Buro NDT. 2016. 61 p. (in Russian).
4. **Su A Lee, Diego A Lopez, Hans H Stein.** Mineral composition and phosphorus digestibility in feed phosphates fed to pigs and poultry. *Animal Biosci.* 2022. V. 36. N 2. P. 167-174. DOI: 10.5713/ab.22.03220.
5. **Petropavlovsky I.A.** Technology of mineral fertilizers. SPb.: Prospect Nauki. 2018. 312 p. (in Russian).
6. **Kozlowski K., Zenf Y.** New in the use of feed phosphates. *Kombikorma.* 2017. N 9. P. 83-84 (in Russian).
7. **Gerasimova V.M., Rummyantseva A.A., Maksimova K.A.** Feed additive – monocalcium phosphate. *Modern Science.* 2020. N 12-3. P. 38-41 (in Russian).
8. **Lantsov A.V., Minakov V.N.** The effectiveness of the use of monocalcium phosphate and trace elements in feeding breeding bulls. Problems and prospects of animal husbandry development materials of the International Scientific and Practical Conference dedicated to the 85th anniversary of the Faculty of Biotechnology. 2018. P. 86-88 (in Russian).
9. **Sokolov V.V., Romanova S.P.** Investigation of the physico-chemical characteristics of feed monocalcium phosphate. Cherepovets scientific readings-2017. Materials of the All-Russian Scientific and Practical Conference. 2018. Part 3. P. 208-210 (in Russian).
10. **Gilmour R.** Phosphoric acid: Purification, Uses, Technology, and Economics. New York: CRC Press Taylor and Francis Group. 2014. 334 p. DOI: 10.1201/b16187.
11. **Arkhipova A.A.** Features of the determination of the physico-chemical characteristics of monocalcium phosphate in the technology of obtaining phosphates of fluorinated feed. *Khim. Khim. Tekhnol. XXI veke.* Materials XIX International conference of students and young scientists names of outstanding chemists L.P. Kulev and N.M. Kizhner. Tomsk. 2022. V. 1. P. 29-30 (in Russian).
12. GOST 24596.0-2015 Feed phosphates. General requirements for analysis methods. Moscow: Standartinform. 2020. 9 p. (in Russian).
13. GOST 24596.1-2015 Feed phosphates. Methods of sampling and preparations of sample for analysis. Moscow: Standartinform. 2020. 9 p. (in Russian).
14. GOST 24596.5-2015 Feed phosphates. Method for determination of hydrogen ions activity value. Moscow: Standartinform. 2020. 10 p. (in Russian).
15. GOST 24596.6-2015 Feed phosphates. Methods for determination of moisture. Moscow: Standartinform, 2020. 13 p. (in Russian).
16. **Kurbaniyazov R.K., Khudoyberdiev J.H., Reymov A.M., Namazov Sh.S., Radjapov R., Seytnazarov A.R.** Characteristics of nodular phosphorites of karakalpakstan and their processing into granular simple superphosphate. *ChemChemTech [Izv. Vyssh. Uchebn. Zaved. Khim. Khim. Tekhnol.].* 2025. V. 68. N 1. P. 109-119 (in Russian). DOI: 10.6060/ivkkt.20256801.7007.
17. **Gordina N.E., Melnikov A.A., Gusev G.I., Gushchin A.A., Rummyantsev R.N., Astrakhantseva I.A.** Mechanochemical and plasmachemical processing in the synthesis of catalytic systems based on vermiculite and zirconium oxychloride. *ChemChemTech [Izv. Vyssh. Uchebn. Zaved. Khim. Khim. Tekhnol.].* 2022. V. 65. N 5. P. 43-57. (in Russian). DOI:10.6060/ivkkt.20226505.6612.

- комплексных удобрений в присутствии KCl. *Тр. БГТУ. Химия и технол. неорг. в-в*. 2016. № 3. С. 54–59.
20. **Бушуев Н.Н.** Исследование фазового состава азотно-фосфорно-калийных удобрений марок (NPK) марок 8:24:24, 10:20:20, 15:15:15. *Мир серы, N, P и K*. 2012. Вып. 2. С. 12-19.
 21. **Бушуев Н.Н., Норов А.М., Лобачева М.П.** Фазовый состав азотно-фосфорно-калийного удобрения марки NPK 8:24:24 и сульфаммофоса марки NP+S 15:36+9 производства ООО «Балаковские минеральные удобрения». *Мир серы, N, P и K*. 2011. Вып. 4. С. 16-23.
 22. **Колпаков В.М., Кочетова И.М., Норов А.М., Соколов В.В.** Сравнительный анализ свойств гранулированных NPK-удобрений, полученных различными способами. Тр. НИУИФ: к 100-летию основания института: в 2 т. Вologda: *Древности севера*. 2019. Т. 2. С. 191–199.
 23. **Колпаков В.М., Норов А.М., Пагалешкин Д.А., Федотов П.С., Кочетова И.М., Петропавловский И.А.** Влияние степени нейтрализации фосфорной кислоты на свойства нитратсодержащих азотно-фосфорно-калийных удобрений. *Изв. вузов. Химия и хим. технология*. 2021. Т. 64. Вып. 3. С. 52-58. DOI: 10.6060/ivkkt.20216403.6289.
 24. **Мейер К.** Физико-химическая кристаллография. М.: Металлургия. 1972. С. 455-457.
 25. **Кочетова И.М., Соколов В.В., Михайличенко А.И., Бахвалов А.С., Бахвалова Е.В.** Особенности определения фазового состава комплексных минеральных удобрений с применением неразрушающих методов анализа микротомографии и электронной микроскопии. *Хим. пром-сть сегодня*. 2016. Т. 10. С. 11-17.
 26. **Кочетова И.М., Соколов В.В.** Методы исследования структуры гранул минеральных удобрений. Матер. Сем. «Роль аналитических служб в обеспечении качества минеральных удобрений и серной кислоты». М.: НИУИФ. 2015. С. 42-49.
 18. **Gavriluk A.N., Dormeshkin O.B.** Investigation of physico-chemical transformations occurring in the volume of granules of complex mineral fertilizers during storage. *Tr. BSTU. Ser. 2: Khim. tekhnologii, biotekhnologiya, geoeekologiya*. 2021. N 1 (241). P. 126-138 (in Russian). DOI: 10.52065/2520-2669-2021-241-1-126-138.
 19. **Dormeshkin O.B.** Features of chemical transformations occurring at the stage of granulation and drying of complex fertilizers in the presence of KCl. *Tr. BGTU. Khim. Tekhnol. Neorg. Mater.* 2016. N 3. P. 54–59 (in Russian).
 20. **Buchuev N.N.** Investigation of the phase composition of NPK-fertilizers grade 8:24:24, 10:20:20, 15:15:15. *Mir Sery, N, P, K*. 2012. V. 2. P. 12-19 (in Russian).
 21. **Buchuev N.N., Norov A.N., Lobacheva M.P.** Phase composition of the NPK fertilizer grade 8:24:24 and sulphamphosphos NP+S grade 15:36+9 produced by ООО “Balakovskie mineralnye udobrenia”. *Mir Sery, N, P, K*. 2011. V. 4. P. 16-23 (in Russian).
 22. **Kolpakov V.M., Kochetova I.M., Norov A.M., Sokolov V.V.** Comparative analysis of properties of granular NPK-fertilizers obtained by various methods. Proceedings of the NIUIF: to the 100th anniversary of the Institute's Foundation. Vologda: *Drevnosti Severa*. 2019. V. 2. P. 191–199 (in Russian).
 23. **Kolpakov V.M., Norov A.M., Pagaleshkin D.A., Fedotov P.S., Kochetova I.M., Petropavlovskiy I.A.** Effect on degree of phosphoric acid neutralization on properties of nitrate-containing nitrogen-phosphorus-potassium fertilizers. *Chem-ChemTech [Izv. Vyssh. Uchebn. Zaved. Khim. Khim. Tekhnol.]*. 2021. V. 64. N 3. P. 52-58 (in Russian). DOI: 10.6060/ivkkt.20216403.6289.
 24. **Meyer K.** Physico-chemical cristallography. M.: Metallurgiya. 1972. P. 455-457 (in Russian).
 25. **Kochetova I.M., Sokolov V.V., Michailichenko A.I., Bachvalov A.S., Bachvalova E.V.** Features of determining of phase composition of complex mineral fertilizers using non-destructive methods of analysis: X-ray micro tomography and scanning electron microscopy. *Khim. Prom. Segodnya*. 2016. V. 10. P. 11-17 (in Russian).
 26. **Kochetova I.M., Sokolov V.V.** Methods of investigation of the structure of granular mineral fertilizers. The Role of Analytical Services in Insuring the Quality of Mineral Fertilizers and Sulphuric acid. M.: NIUIF. 2015. P. 42-49 (in Russian).

Поступила в редакцию 04.12.2024

Принята к опубликованию 04.02.2025

Received 04.12.2024

Accepted 04.02.2025