

Т.Я.Каленченко, А.И.Ситко, В.А.Черненко

### ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОКСИДА КАЛИЯ И ОКСИДА НАТРИЯ В МАТЕРИАЛАХ МЕТАЛЛУРГИЧЕСКОГО ПРОИЗВОДСТВА МЕТОДОМ ЭМИССИОННОЙ ФОТОМЕТРИИ ПЛАМЕНИ

Предложена методика экспрессионного анализа контроля содержания щелочных элементов (Na и K) в материалах металлургического производства в широких интервалах концентраций.

В Институте черной металлургии НАН Украины разработана экспрессная методика контроля щелочных металлов в материалах металлургического производства (шлаках, огнеупорах, железорудном сырье). Метод основан на возбуждении атомов калия и натрия в пламени воздух–ацетилен и измерении интенсивности возникающего характерного излучения определяемых элементов – калия при длине волны 766,5 нм и натрия при длине волны 589,2 нм.

Измерения выполняли на атомно–абсорбционном спектрофотометре ААС–1N в пламени воздух–ацетилен, в режиме эмиссии. Влияние кальция устраняли путем использования монохроматоров. Ионизацию щелочных металлов устраняли введением в раствор хлористого цезия, способствующего увеличению интенсивности резонансных линий. Влияние кислот нивелировали добавлением их в стандартные растворы в той концентрации, в которой они находились в растворах анализируемых объектов.

Для разложения образцов использовали кислотный способ, позволяющий получить растворы с меньшим содержанием солей и более свободные от загрязнений, влияющих на аналитический сигнал определяемого элемента. Оптимальные условия работы на приборе определяли на растворах чистых солей. Исследования на СО шлаков, огнеупоров, железорудного сырья показали, что в выбранных условиях практически отсутствует взаимная интерференция элементов и определение оксидов калия и натрия возможно из одной навески. Условия анализа приведены в табл.1.

Стандартные растворы определяемых элементов с содержанием компонента 1 мг/см<sup>3</sup> готовили по ГОСТ 4212–76. Рабочие растворы готовили разбавлением исходных непосредственно перед употреблением. Масса навески образца в зависимости от содержания оксидов калия или натрия указана в табл.2. Навеску образца помещали в платиновую чашку или чашку из стеклоглерида, смачивали водой, прибавляли 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты и нагревали до растворения большей части оксидов железа. Затем прибавляли 15 см<sup>3</sup> фтористоводородной кислоты, 3 см<sup>3</sup> серной кислоты, разбавленной в соотношении 1:1,3 5 см<sup>3</sup> азотной кислоты и вели

растворение при слабом нагревании до полного разложения навески образца. Затем усиливали нагревание и выпаривали раствор до прекращения выделения паров серного ангидрида.

Таблица 1. Условия определения калия и натрия на спектрофотометре ААС-1N

Определяемый элемент и длина волны, нм	Ширина спектральной щели, мм	Расход ацетилена, л/ч	Постоянная времени, с	Коэффициент усиления	Напряжение на ФЭУ	Положение горелки по вертикали и/горизонтали
К 766,5	0,22	100	4	2	5	10/5
Na 589,2	0,08	100	2	1	2	10/5

Таблица 2. Масса навески и аликвотной части

Массовая доля оксида калия (натрия), %	Масса навески, г	Объем основного раствора, см <sup>3</sup>	Объем аликвотной части, см <sup>3</sup>	Масса оксида калия (натрия) в аликвотной части раствора, г
От 0,1 до 0,5	0,1	100	—	—
св. 0,5...до 1	0,1	100	50	0,00025–0,0005
от 1 до 2	0,1	100	25	0,00025–0,0005
от 2 до 5	0,1	100	10	0,0002–0,0005

В случае неполного разложения навески в платиновую чашку или чашку из стеклоуглерода добавляли фтористоводородную и азотную кислоты и растворение повторяли. Раствор упаривали досуха, нагревание усиливали до полного прекращения выделения паров серного ангидрида. К сухому остатку прибавляли 20 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавленной 1:5 и нагревали раствор до растворения солей. Раствор охлаждали и фильтровали через фильтр средней плотности в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, промывали чашку и фильтр 5–6 раз горячей водой. Раствор охлаждали, приливали в колбу 5 см<sup>3</sup> раствора хлористого цезия, доводили до метки водой и перемешивали.

При массовой доле оксидов калия и натрия свыше 0,5 %, отбирали аликвотную часть основного раствора, содержащего не более 0,5 мг оксида калия (натрия), помещали в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>,

прибавляли 20 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавленной 1:5, 5 см<sup>3</sup> раствора хлористого цезия (14 г/дм<sup>3</sup>), доводили до метки водой и перемешивали.

Полученные растворы вводили в пламя ацетилен–воздух пламенного атомно–абсорбционного спектрофотометра ААС–1N в режиме эмиссии и измеряли интенсивность возникающего излучения калия при длине волны 766,5 нм, натрия – при длине волны 589,2 нм. При смене растворов систему распыления промывали водой.

Для внесения поправки в результаты анализа на содержание оксидов калия или натрия в реактивах через все стадии анализа проводили контрольный опыт. Результаты статистической обработки измерений массовой доли оксидов калия и натрия в различных СО приведены в табл.3.

Таблица 3. Результаты статистической обработки измерений (n = 8, P = 0,95).

СО	Определяемый компонент	Аттестованное значение массовой доли, %	$\bar{C}$ , %	$\bar{C} \pm \delta$ , %	S <sub>r</sub>
Шлак доменный Ш26	K <sub>2</sub> O	0,50	0,49	0,49±0,025	0,062
	Na <sub>2</sub> O	0,42	0,41	0,41±0,019	0,056
Флюс сварочный плавный Ш76	K <sub>2</sub> O	0,93	0,93	0,93±0,017	0,022
	Na <sub>2</sub> O	1,40	1,41	1,41±0,020	0,017
Огнеупор муллитовый К36	K <sub>2</sub> O	0,15	0,15	0,15±0,012	0,098
	Na <sub>2</sub> O	0,17	0,17	0,17±0,011	0,076
Железорудный концентрат Р46	K <sub>2</sub> O	0,079	0,078	0,078±0,003	0,042
	Na <sub>2</sub> O	0,178	0,178	0,178±0,002	0,015
Руда железная Р7в	K <sub>2</sub> O	0,36	0,34	0,34±0,012	0,043
	Na <sub>2</sub> O	0,12	0,12	0,12±0,009	0,089

По найденным значениям интенсивности излучения исследуемого раствора за вычетом интенсивности излучения раствора контрольного опыта, полученного параллельно с анализом пробы, находили содержание оксида калия и оксида натрия по градуировочному графику. Градуировочный график строили по стандартным растворам оксидов калия и натрия (0,1 мг/см<sup>3</sup>), прибавляли по 20 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавленной 1:5, по 5 см<sup>3</sup> раствора хлористого цезия, разбавляли до метки водой в мерной колбе вместимостью 100 см<sup>3</sup> и перемешивали. Контрольный опыт готовили без добавления стандартных растворов оксидов калия или натрия.

Растворы распыляли в пламя последовательно в порядке увеличения концентраций, начиная с контрольного и измеряли их интенсивности излучения. По найденным значениям интенсивности излучения стандартных растворов за вычетом значения интенсивности излучения раствора контрольного опыта и соответствующим им концентрациям оксида калия или оксида натрия строили градуировочный график. Все работы проводились на бидистиллированной воде.

Таким образом, проверка предложенной методика показала возможность ее использования для определения содержания щелочные элементы (Na и K) в широких интервалах концентраций, что позволяет в лабораторных и промышленных условиях обеспечить с высокой точностью и достаточной экспрессностью контроль содержания щелочных элементов в материалах металлургического производства.

*Статья рекомендована к печати  
канд.техн.наук Л.Г.Тубольцевым*