

АТОМНО-ЭМИССИОННОЕ СПЕКТРАЛЬНОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОКСИДОВ НАТРИЯ И КАЛИЯ В ПОРОШКАХ МИКРОКРЕМНЕЗЁМА СПОСОБОМ ВДУВАНИЯ

А. Г. Змитревич¹, А. А. Пупышев²

¹ОАО «Челябинский электрометаллургический комбинат»
454081, г. Челябинск, ул. Героев Танкограда, 80 П, строение 80.
zmitrevitch@chemk.ru

²ФГАОУ ВПО «Уральский федеральный университет
имени первого Президента России Б.Н. Ельцина»
620002, Екатеринбург, ул. Мира, 19

Поступила в редакцию 19 декабря 2011 г.

Приведены результаты разработки методики определения содержания оксидов натрия и калия в порошковых пробах микрокремнезёма методом атомно-эмиссионного спектрального анализа с использованием способа вдувания порошка в дуговой разряд. Оценены достигнутые метрологические характеристики методики анализа и предложены возможные пути её дальнейшего совершенствования.

Ключевые слова: атомно-эмиссионный спектральный анализ, способ вдувания, микрокремнезём, определение натрия и калия.

Змитревич Александр Генрихович – кандидат химических наук, начальник лаборатории физических методов анализа ОАО «Челябинский электрометаллургический комбинат».

Область научных интересов – атомно-эмиссионный спектральный анализ порошкообразных материалов.

Автор 25 научных публикаций.

Пупышев Александр Алексеевич – доктор химических наук, профессор кафедры «Физико-химические методы анализа» ФГАОУ ВПО УрФУ.

Область научных интересов – изотопный, элементный и структурный анализ, исследование термохимических процессов в атомизаторах, источниках возбуждения спектров и ионных источниках.

Автор свыше 400 научных публикаций.

ВВЕДЕНИЕ

В основе металлургического процесса выплавки кремнийсодержащих сплавов лежит восстановление твёрдым углеродом диоксида кремния в присутствии металлического железа. Данный процесс достаточно сложен и протекает с образованием целого ряда полупродуктов (монооксидов углерода и кремния, карбида кремния и др.) [1]. При этом некоторая часть монооксида кремния, покидая зону реакции в газообразной форме и окисляясь кислородом воздуха до диоксида, в дальнейшем конденсируется и оседает на очистных фильтрах электропечи в виде высокодисперсной пыли аморфного микрокремнезёма. Источником диоксида кремния обычно служит кварц или кварцит, источником углерода – кокс, уголь и древесная щепа; в качестве железосодержащего сырья применяют стружку и железный металлолом. Поэтому, кроме микрокремнезёма, в собираемом на фильтрах веще-

стве содержатся компоненты угольной, коксовой и древесной зол (в том числе калий, натрий и кальций), а также угольная, кварцитовая и коксовая пыли и др. Одновременно с ферросилицием в тех же производственных цехах выплавляют также хром- и марганецсодержащие сплавы, поэтому в микрокремнезёме в этом случае могут дополнительно содержаться эти элементы в виде примесей.

Микрокремнезем, являясь отходом ферросплавного производства, достаточно широко используется в строительстве в качестве добавки в бетонные смеси для увеличения прочности и долговечности бетонных и железобетонных конструкций. Качество и эксплуатационные свойства данного продукта определяются содержанием ряда компонентов, в том числе оксидов калия и натрия (табл. 1). Маркировка микрокремнезема осуществляется по результатам химического анализа собранного с фильтров материала.

Таблица 1

Нормируемые значения основного и примесных компонентов в разных марках порошкообразного микрокремнезёма (SiO_2 - не менее, примесей - не более, % мас.) [2]

Марка материала	SiO_2	H_2O	CaO	$\text{Na}_2\text{O}, \text{K}_2\text{O}$	SO_3	Потери при прокаливании
МК-85	85	3	3	2	0.6	3
МК-65	65	3	5	2	0.6	5
МКУ-85	85	10	3	2	0.6	3
МКУ-65	65	10	5	2	0.6	5

До настоящего времени содержания оксидов калия и натрия на ОАО «Челябинский электрометаллургический комбинат» («ЧЭМК») определяют методами пламенной фотометрии [3] и атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно связанной плазмой, что требует достаточно трудоемкого предварительного перевода проб в раствор. Но, с внедрением на ОАО «ЧЭМК» новых фильтрационных установок, количество улавливаемой пыли микрокремнезема значительно увеличилось, заметно возросло и количество анализируемых проб. Поэтому возникла необходимость в разработке новой более производительной и экспрессной методики анализа.

В работе [4] с помощью атомно-эмиссионного спектрального анализа в варианте вдувания порошковых проб в дуговой разряд уже была решена задача экспрессного определения содержания оксидов магния, кальция, титана, алюминия и железа в аналогичной кремнийсодержащей матрице – кварците. Поэтому было принято решение о разработке методики атомно-эмиссионного спектрального определения оксидов натрия и калия в микрокремнезёме способом вдувания порошков в дуговой разряд, что и явилось целью данной работы.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Модельный эксперимент

Область регистрации имеющегося в лаборатории спектрометра МФС-8 ограничена диапазоном от 190 до 360 нм, что не позволяет выделять и регистрировать наиболее интенсивные спектральные линии натрия ($\text{Na I } 589.00$ и $\text{Na I } 589.59$ нм) и калия ($\text{K I } 766.49$, $\text{K I } 769.90$ нм) [5]. Но это можно легко осуществить, например, с помощью отечественного малогабаритного спектрометра «Колибри-2» (спектральный диапазон 390-860 нм, многоканальный анализатор спектров – МАЭС), который предназначен для использования самостоятельно и в качестве дополнительного спектрометра для расширения обычного спектрального диапазона квантометров и спектрографов с целью определения элементов по их самым интенсивным линиям в видимой и ближней инфракрасной областях спектра [6].

Отсутствие такого спектрометра и сравнительно простой спектр матрицы пробы в длинноволновом диапазоне позволили предположить, что определение содержаний оксидов калия и натрия в микрокремнеземе можно выполнить с использованием в качестве диспергирующего элемента светофильтров и регистрации выделенного излучения с помощью фотодиода (ФД) или фотоэлектронного умножителя (ФЭУ) при вдувании порошков в дуговой разряд. Для этого были опробованы светофильтры колориметра КФК-2 с полосой пропускания 25-35 нм и максимумами полосы пропускания 590 (для Na) и 750 (для K) нм соответственно [7].

Для оценки качества работы системы «светофильтр - детектор излучения» при регистрации аналитических сигналов калия и натрия в микрокремнеземе был проведён модельный эксперимент. Для этой цели на основе стандартного образца предприятия (СОП) состава ферросилиция-90 (квазибинарная система с вариациями содержания в пробах железа 3-12 и кремния 85-95 % мас.) были изготовлены синтетические смеси с содержанием натрия и калия от 0.05 до 2.0 % мас. Для приготовления смесей навески материала СОПа смешивали с растворами хлоридов элементов в фарфоровой чашке, высушивали на плите и измельчали в агатовой ступке до полного прохождения через сито с размером ячеек 0.16 мм.

С помощью автоматической системы управлением вдуванием (АСУВ) порошков [8], использующей в качестве сигнала обратной связи фототок с ФЭУ (МФС-8), измеряющего интенсивность спектральной линии кремния $\text{Si I } 243.88$ нм, приготовленные смеси вводили в дугу переменного тока силой 7 А с медными электродами при скорости поперечного потока воздуха 7 м/с. Измерения интенсивностей спектральных линий $\text{Si I } 243.88$ нм и натрия (выделение спектрального интервала светофильтром; регистрация свободным ФЭУ, расположенным на нулевом порядке дифракционной решётки) проводили при традиционной схеме отбора излучения [4], бесконденсорной системе освещения входной щели шириной 15 мкм спектрометра МФС-8 и экспозиции 10 с. В качестве детектора для регистрации интенсивности

спектральных линий калия использовали ФД, расположенный после светофильтра в прямой видимости от источника возбуждения спектров. Сигнал с ФД выводили на свободный интегратор электронно-регистрирующего устройства спектрометра МФС-8.

Для каждой смеси проводили серию из трёх единичных измерений. По результатам измерений строили корреляционные зависимости типа

$$Y = AX + B \quad (1)$$

где Y – отношение интенсивности аналитических сигналов калия (ФД) или натрия (ФЭУ) к интенсивности спектральной линии Si I 243.88 нм (внутренний стандарт); X – массовая доля элемента, %, A и B – параметры уравнения и рассчитывали коэффициенты корреляции R . Линейные виды зависимостей и достаточно высокие коэффициенты корреляции (0.990-0.995) позволили заключить, что используемые простейшие системы регистрации «светофильтр - ФЭУ (ФД)» обладают удовлетворительной селективностью при определении натрия и калия в матрицах подобного типа, что обусловило целесообразность проведение дальнейших исследований.

Разработка методики анализа

Для получения градуировочных зависимостей вида (1) проанализированные ранее методом атомно-эмиссионного спектрального анализа (пламя или индуктивно связанная плазма) производственные порошковые пробы микрокремнезёма крупностью менее 160 мкм с максимальным диапазоном содержаний оксидов калия и натрия вводили в дугу переменного тока с медными электродами в приведенных выше операционных условиях. Ионизационный буфер в работе не применяли, анализируемые пробы предварительно не сушили и не прокаливали. В качестве внутреннего стандарта использовали как линию Si I 243.88 нм, так и различные комбинации линий основных и примесных элементов, содержащихся в микрокремнезёме (табл. 1) и кварците [4], с оптимизируемыми весовыми коэффициентами [9]

$$I_{\text{вн.ст}} = \sum_{i=1}^{n_{\text{базис}}} a_{ij} I_i, \quad (2)$$

где I_i – интенсивность аналитического сигнала основных компонентов, $I_{\text{вн.ст}}$ – сигнал внутреннего стандарта; a_{ij} – оптимизируемые весовые коэффициенты; i – порядковый номер аналитической линии; $n_{\text{базис}}$ – общее количество используемых спектральных линий; j – обозначение принадлежности к определяемому элементу. Критериями оптимизации в каждом случае служили максимумы коэффициентов корреляции R

зависимостей типа (1). Наилучшие результаты приведены в табл. 2 и на рис. 1.

Необходимо отметить, что некоторые спектральные линии кальция и железа попадают в диапазоны полос пропускания светофильтров. Учет вклада их интенсивности в сигнал внутреннего стандарта с помощью уравнения (2) по другим линиям кальция и железа, регистрируемым спектрометром МФС-8, показал практическое отсутствие корреляционных зависимостей. Кроме того, не удалось выявить заметной зависимости отклонения точек от градуировочных графиков от влажности проб и величины их потерь при прокаливании.

Достигнутые таким способом в обоих случаях достаточно высокие коэффициенты корреляции и линейные виды градуировочных зависи-

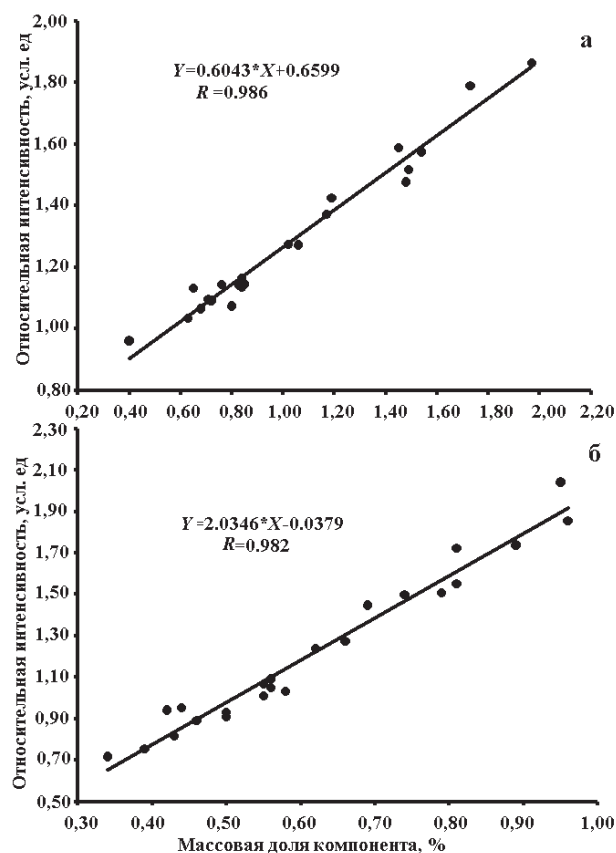


Рис. 1. Градуировочные зависимости оксидов калия (а) и натрия (б) в микрокремнезёме

Таблица 2

Базисные наборы спектральных линий и оптимизированные весовые коэффициенты a_{ij} , использованные для построения градуировочных зависимостей (рис. 1)

Спектральная линия, нм	Рис. 1, а (К)	Рис. 1, б (Na)
Si I 243.88	0.513	0.233
Al I 308.22	1	1
Mn II 293.31	-0.151	-0.179
Cr II 267.72	0.151	0.209

мостей для определения оксидов калия и натрия в микрокремнезёме (рис. 1) обусловили целесообразность проведения дальнейших работ.

Так как в обоих случаях (рис. 1) не просматривается заметных аддитивной и мультипликативной систематических погрешностей определений, было выдвинуто предположение, что на отклонение точек от градуировочных графиков в основном могут влиять два основных фактора:

- случайные погрешности применяемых ранее и разрабатываемой методик атомно-эмиссионного спектрального анализа (для упрощения изложения будем далее называть методики атомно-эмиссионного спектрального анализа с возбуждением спектров калия и натрия в пламени и индуктивно связанной плазме, использованные ранее для определения химического состава проб микрокремнезёма, как *методики химического анализа*);

- различие фазового и гранулометрического состава проб (неадекватность), используемых в качестве образцов сравнения.

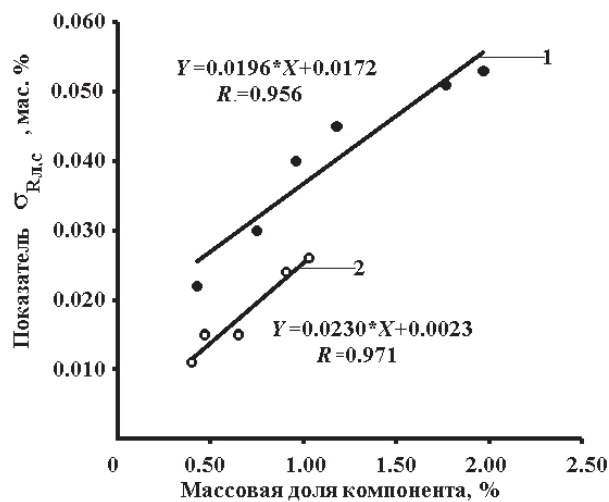


Рис. 2. Зависимости показателей внутрилабораторной прецизионности $\sigma_{Рл,с}$ атомно-эмиссионного спектрального определения оксидов калия (1) и натрия (2) в микрокремнезёме от их содержаний в пробах

Поэтому правильность методики анализа, характеризующейся стандартным отклонением точек от градуировочной зависимости σ , по закону сложения дисперсий должна выражаться как

$$\sigma^2 = \sigma_{неад}^2 + \sigma_{Рл,с}^2 + \sigma_{Рл}^2, \quad (3)$$

где $\sigma_{Рл,с}$, $\sigma_{Рл}$ и $\sigma_{неад}$ – стандартные отклонения внутрилабораторных прецизионностей спектрального и химического анализа, и неадекватности проб соответственно.

Оценку внутрилабораторной прецизионности для каждой компоненты проводили в соответствии с [10] и на основании результатов определений содержаний оксидов калия и натрия в производственных пробах в приведенных выше операционных условиях с помощью полученных градуировочных зависимостей (рис. 1). Для каждой производственной пробы было проведено по 20 серий определений (из трех параллельных измерений) при варьировании факторов времени и оператора. Результаты измерений представлены в табл. 3.

При сравнении дисперсий $\sigma_{Рл,с}^2$ для нижней и верхней точек диапазонов измерений для обоих элементов по критерию Фишера видно, что они существенно различаются. В этом случае (согласно [10]) находят эмпирический вид функциональной зависимости f внутрилабораторной прецизионности $\sigma_{Рл,с}$ от массовой доли компонента C , общий диапазон измерений разбивают на несколько поддиапазонов и для каждого назначают показатель прецизионности по его верхней границе

$$\sigma_{Рл,с}^i = f(C_B^i), \quad (4)$$

где C_B^i и i – верхняя граница и порядковый номер поддиапазона соответственно.

Достаточно высокие коэффициенты корреляции R (рис. 2) позволяют использовать линейные виды корреляционных зависимостей f . Используя приведенную в [11] разбивку на поддиапазоны для определения оксидов калия и натрия в огнеупорах, флюсах и шлаках, а также параметры полученных эмпирических за-

Таблица 3

Рассчитанные показатели внутрилабораторной прецизионности $\sigma_{Рл,с}$ спектральной методики определений оксидов калия и натрия в микрокремнезёме

Номер пробы, п/п	Массовая доля оксида калия, %	$\sigma_{Рл,с}$, % мас.	Массовая доля оксида натрия, %	$\sigma_{Рл,с}$, % мас.
1	0.43	0.022	0.40	0.011
2	0.75	0.030	0.47	0.015
3	0.96	0.040	0.65	0.015
4	1.18	0.045	0.91	0.024
5	1.77	0.051	1.03	0.026
6	1.97	0.053	-	-

Примечание: “-” – отсутствие результатов

висимостей (рис. 2) с помощью уравнения (3), рассчитали показатели внутрилабораторной прецизионности для каждого компонента и поддиапазона.

Оценку правильности методики анализа и оценку структуры погрешности проводили на основании сопоставления результатов измерений массовых долей оксидов калия и натрия в производственных пробах разрабатываемой спектральной и применяемыми химической методиками (табл. 4), использованных для построения градуировочных зависимостей (рис. 1).

По уравнениям (5)-(8) рассчитывали разность между парами результатов химического $C_{хим}$ и спектрального $C_{спек}$ анализа (d_i), среднюю разность (\bar{d}), стандартные отклонения σ и $\sigma_{неад}$:

$$d_i = C_{хим}^i - C_{спек}^i, \quad (5)$$

$$\bar{d} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n d_i, \quad (6)$$

где i - номер пробы по порядку, n - общее количество проб, и

$$\sigma = \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (d_i - \bar{d})^2}, \quad (7)$$

$$\sigma_{неад} = \sqrt{\sigma^2 - \sigma_{РЛж}^2 - \sigma_{РЛ}^2}. \quad (8)$$

Если подкоренное выражение уравнения (8) получалось отрицательным, то $\sigma_{неад}$ приравнялось к нулю. Показатель точности методики Δ в соответствии с [10] определялся как

$$\Delta = 1,96 \sqrt{\sigma_{РЛж}^2 + \sigma_{неад}^2}. \quad (9)$$

Исходные данные и результаты расчётов представлены в табл. 4, 5. Здесь же приводятся нормируемые показатели внутрилабораторной прецизионности для химических методов анализа $\sigma_{РЛ}$ [11].

ОБСУЖДЕНИЕ ПОЛУЧЕННЫХ РЕЗУЛЬТАТОВ

Создана экспресс-методика определения оксидов калия и натрия в порошкообразном микрокремнезёме, поэтому цель работы можно считать достигнутой. Так, например, общие за-

Таблица 4

Результаты определения массовых долей оксидов калия и натрия в производственных пробах микрокремнезёма разрабатываемой спектральной $C_{спек}$ и химической методиками $C_{хим}$, их разностей d_i , а также средних \bar{d} и стандартных отклонение разностей σ , % мас.

Номер п/п	Оксид калия			Оксид натрия		
	$C_{хим}$	$C_{спек}$	d_i	$C_{хим}$	$C_{спек}$	d_i
1	0.40	0.51	-0.11	0.34	0.38	-0.04
2	0.63	0.63	0.00	0.39	0.40	-0.01
3	0.68	0.68	0.00	0.43	0.43	0.00
4	0.80	0.69	0.11	0.46	0.46	0.00
5	0.72	0.72	0.00	0.42	0.49	-0.07
6	0.71	0.73	-0.02	0.44	0.49	-0.05
7	0.65	0.79	-0.14	0.50	0.47	0.03
8	0.76	0.81	-0.05	0.50	0.48	0.02
9	0.84	0.79	0.05	0.55	0.52	0.03
10	0.83	0.80	0.03	0.58	0.53	0.05
11	0.85	0.81	0.04	0.56	0.54	0.02
12	0.84	0.83	0.01	0.55	0.55	0.01
13	0.84	0.84	0.00	0.56	0.56	0.00
14	1.02	1.01	0.01	0.62	0.63	-0.01
15	1.06	1.01	0.05	0.66	0.64	0.02
16	1.17	1.17	0.00	0.69	0.73	-0.04
17	1.19	1.26	-0.07	0.74	0.75	-0.01
18	1.48	1.34	0.14	0.79	0.75	0.04
19	1.49	1.40	0.09	0.81	0.78	0.04
20	1.54	1.50	0.04	0.81	0.86	-0.05
21	1.45	1.52	-0.07	0.89	0.86	0.03
22	1.73	1.84	-0.11	0.96	0.92	0.04
23	1.97	1.96	0.01	0.95	1.01	-0.06
\bar{d}			0.00			0.00
σ			0.068			0.035

Таблица 5

Показатели внутрилабораторных прецизионностей разрабатываемой спектральной $\sigma_{\text{Рл,с}}$ и химической $\sigma_{\text{Рл}}$ [11] методик степени неадекватности производственных проб $\sigma_{\text{неад}}$, точности спектральной методики (предел допускаемой погрешности Δ)¹, % мас.

Определяемый компонент	Диапазон измерений	$\sigma_{\text{Рл,с}}$	$\sigma_{\text{Рл}}$	$\sigma_{\text{неад}}$	Δ
Оксид калия	От 0.40 до 0.50	0.027	0.025	0.058	0.13
	Св. 0.50 до 1.0	0.037	0.036	0.045	0.11
	Св. 1.0 до 2.0	0.056	0.051	0	0.11
Оксид натрия	От 0.30 до 0.50	0.014	0.025	0.019	0.05
	Св. 0.50 до 1.0	0.025	0.036	0	0.05

Примечание: «Св.»- свыше; 1 - соответствует расширенной неопределенности результата измерений U с коэффициентом охвата $k = 2$ [12].

траты времени на анализ одной пробы с помощью разработанной методики анализа (включая заточку электродов и др. вспомогательные операции) составляют около 2 мин, что значительно меньше времязатрат на одну пробу ранее применяемых методик атомно-эмиссионного спектрального анализа с растворением пробы (~24 мин). Кроме того, разработанная методика анализа обладает и заметно более низкой себестоимостью из-за уменьшения финансовых затрат на электроэнергию и оплату труда оператора.

Сопоставляя \bar{d} с σ (табл. 4) можно видеть, что систематическая погрешность анализа незначима на фоне случайной, что подтверждает первоначальную оценку об отсутствии аддитивной составляющей в результатах разработанной методики анализа.

Из табл. 5 видно, что достигаемые с помощью разработанной спектральной методики показатели $\sigma_{\text{Рл,с}}$ для оксида калия заметно хуже, чем для оксида натрия, что может быть связано с использованием более подходящего по максимуму длины волны и ширине полосы пропускания светофильтра при выделении спектральных линий последнего. Поэтому, используя более подходящий светофильтр, у которого максимум коэффициента пропускания в большей степени совпадает с положением эмиссионных линий, следует ожидать некоторого улучшения $\sigma_{\text{Рл,с}}$ при спектральном определении оксида калия.

Характерной особенностью разработанной методики является заметный вклад неадекватности проб в общую погрешность анализа, что может быть связано со сложным фазовым и гранулометрическим составом порошковых производственных проб микрокремнезёма [3].

Из-за значимой $\sigma_{\text{неад}}$ разработанная методика анализа в нынешнем её варианте может быть использована при контроле технологического процесса или предварительном входном контроле сырья.

Усовершенствование предложенной методики измерения возможно за счет значительно-

го увеличения селекции аналитических сигналов элементов, например, при использовании аппаратуры типа Колибри-2 [6], малогабаритных спектрометров серии MS [13] и др.

ВЫВОДЫ

1. Показана возможность атомно-эмиссионного спектрального метода определения оксидов калия и натрия в микрокремнезёме способом вдувания порошков в дуговой разряд, что существенно повышает скорость анализа по сравнению с обычно применяемыми методиками с растворением проб.
2. Предложен способ регистрации аналитических сигналов калия и натрия, совместно с сигналами других элементов, используемых в качестве внутреннего стандарта, на имеющейся аппаратуре – спектрометре МФС-8.
3. Оценены показатели внутрилабораторной прецизионности и правильности разработанной методики анализа, изучена структура ее общей погрешности.
4. Показано существенное влияние неадекватности фазового и гранулометрического состава проб микрокремнезёма на показатели точности методики.
5. Определена область применения данной методики.
6. Предложены возможные пути совершенствования разработанной методики анализа.

ЛИТЕРАТУРА

1. Электрометаллургия стали и ферросплавов / Поволоцкий Д.Я. и [др]. М.: Metallurgia, 1974. 550 с.
2. Микрокремнезём конденсированный. Технические условия. М.: 1996. Дата введения 01.08.1996 г.
3. ГОСТ 5382-91 Цементы и материалы цементного производства. Методы химического анализа. М.: Издательство стандартов, 1991. 96 с. Дата введения 01.07.91г.

4. Змитревич А.Г., Пупышев А.А. Атомно-эмиссионный спектральный анализ ферросплавов. Екатеринбург: УГТУ-УПИ, 2009. 270 с.
5. Таблицы спектральных линий / Зайдель А.Н. и [др.]. М.: Наука, 1977. 800 с.
6. Одновременное определение щелочных и щелочноземельных металлов методом пламенной спектрометрии с использованием спектрометра «Колибри-2» / В.А. Лабусов и [др.] // Материалы VII международного симпозиума «Применение анализаторов МАЭС в промышленности» Новосибирск, Академгородок, 15-18 августа 2006 г. Новосибирск: ИНХ СО РАН, ООО «Оптоэлектроника», 2006. С. 35-38.
7. Колориметр фотоэлектрический концентрационный КФК-2. Техническое описание и инструкция по эксплуатации. 36 с.
8. Змитревич А.Г., Пупышев А.А. Использование аналитических линий элементов в качестве управляющего сигнала для аппаратуры вдувания при спектральном анализе порошков // Проблемы спектроскопии и спектрометрии. Межвузовский сб. научн. трудов. Вып. 17. Екатеринбург, ГОУ ВПО УГТУ-УПИ, 2004. С. 33-40.
9. Змитревич А.Г., Пупышев А.А. Оптимизация градуировочных зависимостей при атомно-эмиссионном спектральном анализе многокомпонентных ферросплавов способом вдувания в дуговой разряд // Проблемы спектроскопии и спектрометрии. Межвузовский сб. научн. трудов. Вып.16. Екатеринбург: ГОУ ВПО УГТУ-УПИ, 2004. С. 33-44.
10. РМГ 61-2003 Государственная система обеспечения единства измерений. Показатели точности, правильности, прецизионности методик количественного химического анализа. Методы оценки. М.: ИПК издательство стандартов, 2004. 42 с. Дата введения 01.01.2005 г.
11. М 20-2010 Рекомендация. Нормы точности количественного химического анализа материалов чёрной металлургии. Екатеринбург, ЗАО Институт стандартных образцов. 2010. 37 с.
12. Рекомендации по стандартизации Р 50.1.060-2006. Статистические методы. Руководство по использованию оценок повторяемости, воспроизводимости при оценке неопределенности измерений. М.: Стандартинформ, 2007. Дата введения 19.12.2006 г. [Электронный ресурс]: <http://www.infosait.ru> (дата обращения 15.12.2011).
13. Малогабаритные спектрометры серии MS [Электронный ресурс]: <http://www.ooo-mors.ru/ms.htm> (дата обращения 13.12.2012).

ATOMIC EMISSION SPECTRAL DETERMINATION OF SODIUM AND POTASSIUM OXIDES IN MICRISILICA POWDERS USING THE INJECTION METHOD

A.G. Zmitrevich¹, A.A. Pupyshev²

¹JSC "Chelyabinsk Electrometallurgical Works"
RF, 454081, Chelyabinsk, Geroev Tankograda 80, building 80
zmitrevitch@chemk.ru

²FSAEI HPE "Ural Federal University named after the first President of Russia B.N. Yeltsin"
RF, 620002, Ekaterinburg, ul. Mira, 19
pupyshev@dpt.ustu.ru

The results of developing a methodology for determining the content of the sodium and potassium oxides in microsilica powdered samples using atomic emission spectral analysis with the injection of powders into the arc discharge are presented. The achieved metrological characteristics of the described methodology are evaluated and possible ways of its further improvement are discussed.

Key words: atomic emission spectral analysis, injection method, microsilica, determination of sodium and potassium.