Silikáty XXII, s. 69-79 (1978)

ATÓMOVÁ ABSORPČNÁ SPEKTROMETRIA BÁZICKÝCH ŽIARUVZDORNÝCH MATERIÁLOV

I. Analýza magnezitov a slinutej magnézie

Anastázia Rusňárová

Výskumný ústav hutníckej keramiky 898 11 Bratislava, ul. Februárového víťazstva 71

Došlo 25, 11, 1976

V roztoku vzorky po kombinovanom rozklade v kyseline chlorovodíkovej s alkalickým dotavením nerozpustného zvyšku sa metódou atómovej absorpčnej spektrometrie stanovujú niektoré dôležité prvky o nasledujúcich koncentračných rozsahoch: SiO₂ 0,2—10 %; Al₂O₃ 0,04—3 %; Fe₂O₃ 0,02—12,5 %; MnO 0,01—0,5 %; CaO 0,02—10 %. Stanovenie vyšších obsahov ako sa uvádza, nie je obmedzené ani u jedného z uvedených prvkov. Správnosť stanovenia sa overila kontrolnými analýzami štandardných vzoriek a porovnávacími analýzami použitím metód chemickej analýzy.

ÚVOD

V práci sa uvádza praktická aplikácia metódy atómovej absorpčnej spektrometrie (AAS) na analýzu bázických žiaruvzdorných materiálov. Keďže škála bázických žiaruvzdorných materiálov je pomerne široká, najskôr sa analyzovali suroviny používané k ich výrobe, t. j. magnezity, potom slinuté magnézie a tvarové stavivá. Magnezit je jednou z dôležitých nerastných surovín, nachádzajúcich sa hlavne na východnom Slovensku. Obsah určovaných vedľajších zložiek závisí od ložiska. Tak napr. magnezity typu Jelšava, Lubeník, sú vysokoželezité s nízkym obsahom kremičitých sprievodných minerálov a prevládajúcim dolomitom. Magnezit z ložísk okolia Košíc býva prerastený najmä kremičitými minerálmi a menej dolomitom. V magnezitoch, ako sú napr. grécky a turecký, je nízky obsah železa i kremičitanov. Kórejské magnezity sa vyznačujú nižším obsahom železa a vyšším obsahom kremičitanov. \overline{V} slinutej magnézii a v tvarových stavivách sú v koncentračných rozsahoch vedľajších zložiek veľké rozdiely, nakoľko sem patrí tiež magnézia z termického štiepenia MgCl₂ a z morskej vody, u ktorých obsah MgO kolíše v medziach 95,0 až 99,8 % MgO. Cieľom práce bolo vypracovanie a overenie jednoduchého, priameho postupu stanovenia niektorých, pre výrobu dôležitých vedľajších zložiek ako SiO₂, Al₂O₃, Fe₂O₃, (príp. MnO) a ČaO vo všetkých, i keď nie vyčerpávajúco vymenovaných typoch magnezitov a magnézií a zavedenie tohto postupu do prevádzkovej analytickej praxe.

EXPERIMENTÁLNA ČASŤ

Použitý prístroj

Pri všetkých meraniach bol použitý atómový absorpčný spektrofotometer Perkin-Elmer 305, doplnený univerzálnym digitálnym čítačom UDR-1. Ako

zdroje žiarenia sa použili jednoprvkové výbojky s dutou katódou tej istej firmy. Meralo sa v absorběnom prostredí plameňových zmesí acetylén—vzduch a acetylén—kysličník dusný.

Optimalizácia pracovných podmienok

Na základe predpokladaných obsahov určovaných prvkov sa riešili tieto problémy:

- optimálny návažok vzorky a zriedenie roztoku za účelom dosiahnutia optimálnych koncentračných rozsahov stanovovaných prvkov,
- voľba rozkladného činidla, nakoľko toto ovplyvňuje jednak transportné
 - pochody, ako i proces atomizácie a zaťažuje absorpčný signál stanovovaného prvku chybami.

Sledoval sa preto vplyv kyseliny chlorovodíkovej a alkalických solí ako rozkladných činidiel.



Obr. 1. V plyv koncentrácie kyseliny chlorovodíkovej (C[M]) na absorpčný signál kremíka a hliníka.

Z relatívnej zmeny absorbancie kremíka a hliníka (obr. 1), meraných priamo zo základného roztoku vzorky s najvyššou koncentráciou prímesí vyplýva, že kyselina chlorovodíková v dostatočne širokom rozsahu neovplyvňuje absorpčný signál kremíka. U hliníka sa so zvyšovaním koncentrácie kyseliny v roztoku zaznamenal mierny pokles signálu. Soli alkalických kovov (Na, K, Li a Cs) spôsobujú zvýšenie absorpčného signálu nielen u hliníka [1], ale i kremíka (obr. 2). Vzhľadom k vysokému ionizačnému potenciálu kremíka [2] je pozorované zvýšenie signálu pravdepodobne spôsobené zvýšeným odparovaním kremíka [3]. Na základe experimentálnych výsledkov sa rozklad vzork**y** upravil takto:

l g analytickej vzorky magnezitu, alebo 0,5 g slinutej magnézie sa v 150 ml kadičke povarí 5 až 10 minút s 20 ml zriedenej kyseliny chlorovodíkovej (1 + 1). Nerozpustný zvyšok sa odfiltruje menším filtrom strednej hustoty, filtrát sa



Obr. 2. Vplyv koncentrácie alkalických kovov (C[mg/ml]) na absorpčný signál kremíka a hliníka.

zachytáva do 100 ml odmernej banky. Filter sa spáli v platinovom tégliku a zvyšok sa vytaví s 1 g taviacej zmesi, zloženej z rovnakých dielov uhličitanu sodného, uhličitanu draselného a tetraboritanu sodného (1 + 1 + 1). Tavenina sa vylúži za tepla v primeranom množstve vody okyselenej 5 ml zriedenej

Návažka	SiO ₂			Al_2O_3		
vzorky [g]	X [%]	s [%]	Sr [%]	X [%]	s [%]	~ Sr [%]
0,2000	0,51	0,029	5,81	0,35	0,034	9,66
0,5000	0,56	0,029	5,80	0,41	0,032	7,88
1,0000	0,59	0,020	3,39	0,42	0,015	3,57
2,0000	0,63	0,022	3,49	0,37	0,019	5,07
3,0000	0,68	0,041	6,02	0,50	0,029	5,80
4,0000	0,59	0,056	9,50	0,43	0,059	13,72
5,0000	0,55	0,060	10,91			-

 $Tabułka \ I$ Vplyv koncentrácie solí v roztoku na presnosť a správnosť stanovenia SiO₂ a Al₂O₃

Udaný obsah v ateste: 0,593 % SiO2; 0,414 % Al2O3.

kyseliny chlorovodíkovej (1 + 1) a získaný roztok sa pridá k hlavnému filtrátu. Roztok v odmernej banke sa doplní po značku destilovanou, event. deionizovanou vodou a použije sa na meranie obsahu kysličníka kremičitého a hlinitého.

V tomto roztoku je kyselina kremičitá účinne pufrovaná až do obsahu cca 10 % SiO₂ vo vzorke. (Vyššie obsahy SiO₂ v bežne analyzovaných materiáloch nie sú obvyklé; v tom prípade, keď obsah SiO₂ je vyšší ako 10 %, je potrebné návažok vzorky primerane znížiť). Roztok je dostatočne stály a obsah solí v roztoku optimálny. Dokazujú to i dosiahnuté presnosti stanovenia kremíka a hliníka v závislosti na návažku vzorky a obsahu taviacej zmesi (tab. I). Prítomné alkalické kovy (Na a K) z taviacej zmesi pôsobia ako spektrálny pufer, ktorým sa potlačuje efekt ionizácie pozorovaný u hliníka. Analogickým postupom sa pripraví tzv. porovnávací (nulový) roztok.

Rušivé vplyvy

Ako u všetkých metód, aj pri metóde AAS sa i napriek jej špecifičnosti môžu prejaviť rušivé vplyvy, ovplyvňujúce správnosť stanovenia niektorých prvkov [4]. V analýze uvedených materiálov sa tiež pri stanovení niektorých prvkov prejaví vplyv osnovy vzorky, spojený so vznikom termicky stabilných a málo disociovaných zlúčenín (Ca), ako aj so zvýšením disociácie molekulových častíc do atómových pár (Si). Z tohto dôvodu sa v práci sledoval vplyv najmä horčíka ako makrozložky a niektorých ďalších zložiek osnovy na stanovované prvky. Z údajov v tab. II vyplýva, že vzájomným medziprvkovým efektom

		Prídavok				
Daný obsah SiO ₂	MgO	CaO	Fe ₂ O ₃	Nájdený obsah SiO ₂	chyba	
[\mb]		[µg ml-1]		[µg mi ·]	L 703	
100,0	_	_	500	100,0	0	
100,0	1000	_		110,7	10,7	
100,0	4500	100	350	108,5	8,5	
112,0	4200	400	250	122,6	9,5	
106,0	4000	250	450	115,5	9,0	
106.0	5000	_		1156	9.1	

Tabulka II

Vplyv sprievodných prvkov na stanovenie kremíka

horčíka, železa, vápnika, za súčasnej prítomnosti sodných a draselných solí v prostredí približne 1 M kyseliny chlorovodíkovej sa zvyšuje absorpčný signál kremíka. Potvrdil sa tiež negatívny vplyv obsahu kremíka na stanovenie hliníka [5], ktorý sa však za súčasnej prítomnosti horčíka neuplatňuje. Negatívne vplyvy obsahu kremíka na stanovenie železa [6] a obsahu kremíka a hliníka na stanovenie vápnika [7] sa najúčinnejšie potlačia prídavkom lantanoxínového pufra [8]. V práci sa skúmal účinok aj niektorých ďalších látok (napr. EDTA; EGTA), nedosiahol sa však požadovaný efekt.

Atómová absorpčná spektrometria ...

Optimalizácia prístrojových podmienok

Experimentálne zistené prístrojové podmienky stanovenia udáva tab. III. Z jej údajov vyplýva, že u stanovenia vápnika sa v záujme zníženia niektorých nežiadúcich efektov doporučujú podmienky, ktoré nezodpovedajú vždy dosiahnutiu maximálnej dôkazuschopnosti stanovenia.

Tabulka III

	Vlnová	Štrbina	Poloha			Prú	denie
Prvok	dĺžka [nm]	[nm]	horáka [mm]	Plameň	12.5	C2H2 [l min ¹]	okys. *) [l min ⁻¹]
Si	251,6	0,2	8	$C_2H_2 = N_2O$		8,5	12,3
Al	309,3	0,7	10	$C_2H_2 = N_2O$		7,8	13,0
Fe	248,3	0,2	14	C_2H_2 — vzduch		4,8	24,0
Mn	279,5	0,7	10	C_2H_2 — vzduch		4,8	24,0
CaI	422,7	0,7	12	$C_2H_2 - N_2O$		6,0	12,0
CaII	422,7	1,4	20	C_2H_2 — vzduch		4,8	24,0

Experimentálne podmienky stanovenia Si, Al, Fe, Mn a Ca

*) Okys. — okysličovadlo (vzduch alebo kysličník dusný).

Tabulka IV

Stručná schéma analytického postupu

Prvok a absorpčná	Koncentračné rozpätie stanovovaných prvkov				
čiara [nm]	$[\mu g m l^{-1}]$	[%]*			
Základný roztok vzorky: návažka: 1,0 — 0,5 g*)	vzorky v objeme 100 ml				
$\begin{array}{l} {\rm Si} = -251,6 \\ {\rm Al} = -309,3 \\ {\rm Fe} = -248,3 \\ {\rm Mn} = -279,5 \\ {\rm CaI} = -422,7 \end{array}$	10,0-500,02,0-150,01,0-25,00,5-25,01,0-25,0	$\begin{array}{c} 0,2 \\ -10,0 \ \mathrm{SiO}_2 \\ 0,04 \\ -3,0 \ \mathrm{Al}_2 \mathrm{O}_3 \\ 0,02 \\ -0,5 \ \mathrm{Fe}_2 \mathrm{O}_3 \\ 0,01 \\ -0,5 \ \mathrm{Mn} \\ 0,02 \\ -0,5 \ \mathrm{CaO} \end{array}$			
Zriedenie: 10 ml základného roztol lantan-oxinového pufra	ku, prídavok 4,0 ml , doplnené na 250 ml				
Fe — 248,3 Ca II — 422,7	1,0—25,0 1,0—20,0	0,5—12,5 Fe ₂ O ₃ 0,5—10,0 CaO			

*) Koncentračný obsah v percentách jednotlivých kysličníkov je udaný ako na vyžíhaný stav.

Tabulka V

Popis analyzovaných vzoriek

Číslo	Běžné vzorky	Číslo	Štandardné vzorky
1	Magnezit Lubeník	11	Magnezit K II
2	Magnézia Lubeník	12	Magnezit O II
3	Magnezit Lovinobaňa	13	Magnézia 91
4	Magnézia Lovinobaňa	14	Magnézia 93
5	Magnezit Jelšava	15	Magnezit Košice
6	Magnézia Jelšava	16	Magnézia PRE [9]
7	Magnezit Hačava	17	Magnézia 1
8	Magnézia Hačava	18	Magnézia 2
9	Magnézia Kórea	19	Magnézia 4
10	Magnézia z morskej vody	20	Magnézia 10

Vzorky č. 11 až č. 15 sú čs. štandardy. Vzorky č. 17 až č. 20 sú interné štandardy od firmy Veitsch, Rakúsko.

Tabulka VI

Zrovnanie výsledkov stanovenia SiO2 metódou AAS s chemickou analýzou a výsledkami štandardných vzoriek

	Che	mická analý	za	1	Metóda AAS	
Číslo vzorky	X [%]	s [%]	Sr [%]	X [%]	8 [%]	Sr [%]
1 2 3 4 5 6 7 8 9 10	0,49 1,17 0,71 1,62 0,20 0,62 0,67 1,35 —	0,016 0,029 0,022 0,035 0,013 0,015 0,019 0,030 —	$\begin{array}{c} 3,27\\ 2,48\\ 3,10\\ 2,16\\ 6,50\\ 2,42\\ 2,84\\ 2,22\\\\\\\\ \end{array}$	$\begin{array}{c} 0,59\\ 1,32\\ 0,90\\ 1,85\\ 0,20\\ 0,71\\ 0,66\\ 1,41\\ 3,80\\ 0,40\\ \end{array}$	$\begin{array}{c} 0,019\\ 0,025\\ 0,023\\ 0,057\\ 0,016\\ 0,030\\ 0,021\\ 0,048\\ 0,081\\ 0,016\\ \end{array}$	3,22 1,89 2,55 3,08 8,00 4,22 3,18 3,40 2,13 4,00
$ \begin{array}{r} 11 \\ 12 \\ 13 \\ 14 \\ 15 \end{array} $	1,41 1,64 0,81 1,59 0,593	itestu		$ \begin{array}{r} 1,41 \\ 1,70 \\ 0,79 \\ 1,53 \\ 0,59 \\ \end{array} $	$\begin{array}{c} 0,041 \\ 0,057 \\ 0,023 \\ 0,041 \\ 0,020 \end{array}$	2,91 3,36 2,91 2,68 3,39
16 17 18 19 20	2,93 0,64 1,27 2,65 4,72			2,91 0,68 1,36 2,54 4,70	0,084 0,024 0,039 0,059 0,075	2,89 3,53 2,87 2,32 1,60

Kalibrácia

Štúdium vplyvu osnovy vzorky a rozkladných činidiel ukázalo, že dochádza k zmenám absorpčného signálu v porovnaní s čistými štandardnými roztokmi jednotlivých prvkov. Na odstránenie rušivých vplyvov a dosiahnutie správnych výsledkov stanovenia existuje viacero možností [4]; v predmetnej práci sa využila kalibrácia na modelové štandardné roztoky s prídavkom rovnakých množstiev horčíka, železa a prímesi (rozkladné činidlá a spektrálne pufry) ako v analyzovanej vzorke. Schému analytického postupu, udávajúcu zriedenie roztoku vzorky a optimálne koncentračné rozsahy u stanovovaných prvkov udáva tabuľka IV.

S každou sériou analyzovaných vzoriek sa vždy analyzujú i vzorky deklarovaných štandardov a tým sa overuje správnosť kalibrácie a chod prístroja.

VÝSLEDKY A DISKUSIA

Za popísaných podmienok sa vykonali stanovenia sledovaných prvkov vo vybraných charakteristických vzorkách magnezitov a slinutej magnézie. Výsledky sa uvádzajú v tab. V až X. Tabuľky obsahujú výsledky metódy AAS, získané ako aritmetický priemer (X) z minimálne piatich až desiatich paralelných stanovení.

	Chei	mická analýz	a	Mətóda AAS		
Číslo vzorky	X [%]	8 [%]	Sr [%]	X [%]	8 [%]	Sr [%]
1	0,22	0,015	6,82	0,18	0,011	6,11
2	0,32	0,015	4,69	0,35	0,012	3,43
3 -	0,35	0,029	8,29	0,35	0,010	2,86
4	0,55	0,038	6,91	0,66	0,049	7,42
5	0,17	0,015	8,82	0,12	0,010	8,33
6	0,32	0,028	8,75	0,27	0,014	5,19
7	0,31	0,027	8,71	0,24	0,011	4,58
8	0,49	0,018	3,67	0,42	0,016	3,81
9	_		— · · · · ·	1,04	0,049	4,71
10	-	-		0,15	0,010	6 ,66
	Hodnota a	itestu				
11	0,48			0,39	0,019	4,87
12	0,21			0,19	0,011	5,79
13	0,41			0,42	0,016	3,81
14	0,62			0,60	0,027	4,50
15	0,414			0,42	0,015	3,57
16	2,17			2,14	0,048	2,24
17	0,33			0,18	0,010	5,55
18	0,52			0,34	0,010	2,94
19	0,77			0,52	0,029	5,57
20	0,59			0,30	0,014	4,67

Tabułka VII Zrovnanie výsledkov stanovenia Al₂O₃ metódou AAS s chemickou analýzou a s výsledkami štandardných vzoriek

Tabulka VIII

	Che	emická analý	za	Chefter a	Metóda AAS	
Číslo vzorky	X [%]	s [%]	Sr [%]	X [%]	8 [%]	Sr [%]
	9.79	0.096	0.70	9.61	0.010	0 59
1	3,72	0,020	0,70	3,01	0,019	0,53
2	7,30	0,030	0,49	1,00	0,025	0,35
3	3,03	0,030	0,99	3,00	0,017	0,48
4 2	7,40	0,049	0,00	7,21	0,029	0,40
0	3,55	0,020	0,30	3,42	0,010	0,47
7	0,00	0,032	0,37	9.44	0,030	0,37
0	5 25	0,020	0,82	5.91	0,012	0,49
0	0,00	0,040	0,90	1.50	0,020	1.00
10	0,20	2 2 7 1		0,20	0,015	0,50
	Hodnota a	atestu			Sell Shows	
11	3.72		4	3.54	0.019	0.54
12	4.22			4.20	0.021	0.50
13	7.50			6,96	0.017	0.24
14	7.35			6.72	0.017	0.25
15	2,43		1.10.11	2,46	0,020	0,81
16	0,99			0,99	0,011	1,11
17	3,99		-	3,87	0,041	1,06
18	3,91		a second	3,78	0,035	0,92
19	4,02			3,89	0,018	0,46
.20	8,47		2	8,20	0,020	0,24

Zrovnanie výsledkov stanovenia Fe₂O₃ metódou AAS s chemickou analýzou a s výsledkami štandardných vzoriek

U porovnávacích, tzv. mokrých chemických metód výsledok u jednotlivých zložiek odpovedá vždy aritmetickému priemeru z dvanástich paralelných stanovení. Ďalšie údaje v tabuľkách, ako smerodajná odchýlka (S) a relatívna smerodajná odchýlka (Sr) sa vypočítali podľa známych vzťahov [10]. Z porovnania výsledkov S a Sr (tab. VI a IX) je zrejmé, že metóda AAS poskytuje celkove presnejšie výsledky, ako použité interné chemické metódy [11], líšiace sa od ČSN [12] najmä zaradením fotometrických metód pre nízke obsahy niektorých prvkov (SiO₂, Fe₂O₃).

Príčinou o niečo nižšej presnosti pri stanovení najmä obsahov SiO₂ < 0,5 % je vyšší podiel šumu, ktorý spôsobuje väčšie zosilnenie pri roztiahnutí stupnice. Správnosť dosiahnutých výsledkov podľa navrhovaného postupu sa overila tiež analýzou štandardných vzoriek magnezitov a slinutej magnézie. Výsledky sú taktiež uvedené v tab. VI až X.

Dosiahnuté výsledky pri väčšine analyzovaných štandardných vzoriek sa zhodujú s výsledkami atestu, čo je dôkazom správnosti zvoleného postupu metódy AAS.

Atómová absorpčná spektrometria ...

Tabulka IX

	Che	emická analýz	a	Metóda AAS		
Číslo vzorky	X [%]	8 [%]	Sr [%]	X [%]	8 [%]	Sr [%]
1	3.46	0.054	1.56	3,45	0,032	0,93
2	7.15	0.038	0.53	7.34	0,040	0,54
3	2,24	0,022	0,98	2,22	0,018	0,81
4	5,20	0,080	1,54	5,35	0,031	0,58
5	2,13	0,033	1,55	2,07	0,019	0,92
6	2,26	0,035	1,55	2,36	0,022	0,93
7	2,29	0,035	1,53	2,20	0,015	0,68
8	4,67	0,047	1,01	4,87	0,033	0,68
9	— "			1,85	0,025	1,35
10		—	-	0,96	0,018	1,87
	Hodnota	atestu				
11	0.84			0,90	0,012	1,33
12	3,56			3,56	0,035	0,98
13	2,55			2,52	0,022	0,87
14	2,65	H		2,53	0,024	0,95
15	0,581			0,55	0,012	2,18
16	4,53			4,56	0,033	0,72
17	3,28			3,03	0,027	0,89
18	2,92	1.4		2,83	0,026	0,92
19	4,47			4,14	0,033	0,79
20	2,75			2,62	0,030	1,14

Zrovnanie výsledkov stanovenia CaO metódou AAS s chemickou analýzou a s výsledkami štandardných vzoriek

Tabulka X

Výsledky stanovenia MnO

	Fotometria	AAS
Označenie vzorky	% M	inO
Magnézia Jelšava Magnézia Lubeník Magnézia Košice Magnezit Košiceª) Magnézia z morskej vody	$\begin{array}{c} 0,470\\ 0,460\\ 0,385\\ 0,120\\ 0,003 \end{array}$	0,493 0,453 0,389 0,180 0,006

a) štandard — doporučený obsah MnO : 0,170 %. Výsledky odpovedajú priemernej hodnote z dvoch stanovení.

ZÁVER

Vypracoval sa jednoduchý, priamy analytický postup na stanovenie kremíka, hliníka, železa, vápnika, prípadne mangánu v magnezitoch a slinutej magnézii metódou atómovej absorpčnej spektrometrie. Metóda je rýchlejšia, presnejšia ako doteraz používané chemické metódy. Umožňuje spoľahlivé stanovenie najmä nízkych obsahov niektorých prvkov, stanovenie ktorých tzv. mokrými chemickými metódami spôsobuje ťažkosti. Metóda sa zaviedla do priemyslovej analytickej praxe a osvedčila sa.

Ďakujem Ing. J. Staroňovi, CSc., za pripomienky pri vypracovaní tejto práce a J. Ďuricovi za poskytnutie potrebných porovnávacích analyzovaných vzoriek magnezitov a magnézií.

Literatúra

- [1] Welz B.: Atom-Absorptions-Spektroskopie, 1. vvd. str. 109. Verlag Chemie, Weinheim 1972.
- [2] Rubeška I., Moldan B.: Atomová absorpční spektrofotometrie. 1. vyd. str. 183. SNTL, Praha 1967.
- [3] Rubeška I., Mikšovský M.: Chem. listy 66, 1191 (1972).
- [4] Lvov B. V.: Atomno-absorbcionnyj spektralnyj analiz. 1. vyd. str. 247; 265-266. Izdal. Nauka, Moskva 1966.
- [5] Katz A.: American Miner. 53, 283 (1968).
- [6] Terasima S.: Japan Analyst 18, 10, (1969) podľa R. Ž. Chimija 10GD. Anal. Chim. Oborud. Lab. 10, 10G, 121 (1970). [7] Rubeška I., Moldan B.: Anal. Chim. Acta 37, 421 (1967).
- [8] Rusňáková A.: Využitie metódy AAS k analýzam bázických žiaruvzdorných materiálov. Etapa 3, Bratislava, VÚ hutníckej keramiky, 1971, Ročná výskumná správa č. F-0-522-102/17. [9] Keramische Zeitsch. 25, 560 (1973).
- [10] Eckschlager K.: Chyby chemických rozborů. 1. vyd. str. 90-97. SNTL, Praha 1961.
- [11] Jednotné analytické postupy pre žiaruvzdorné zásadité materiály nepubliko-vané analytické postupy. Bratislava 1972.
 [12] <u>ČSN</u> 72 6026: Ziaruvzdorné zásadité materiály. Metódy chemických rozborov.
- ÚNM, Praha 1965.

ПРИМЕНЕНИЕ АТОМНОЙ АБСОРБЦИОННОЙ СПЕКТРОМЕТРИИ ДЛЯ АНАЛИЗА ОСНОВНЫХ ОГНЕУПОРОВ І. АНАЛИЗ МАГНЕЗИТОВ И СПЕКШЕЙСЯ МАГНЕЗИИ

Анастазия Руснякова

Научно-исследовательский институт огнеупоров, Вратислава

Был разработан аналитический способ определения кремния, алюминия, железа, кальция или марганца в магнезитах и спекшейся магнезии мстодом атомной абсорбционной спектрометрии из одной навески пробы. Рассматриваются также некоторые наблюдаемые мешающие влияния примесей и состава пробы. В работе приводятся результаты определения рассматриваемых компонентов в 20 пробах обычных видов магнезитов и спекшейся магнезии и их стандартов (табл. VI—X). Способ благодаря своей точности и высокой скорости автором рекомендуется для проведения серийных анализов.

Рис. 1. Влияние концентрации хлористоводородной кислоты (C[M]) на абсорбционный сигнал кремния и алюминия.

Рис. 2. Влияние концентрации щелочных металлов (С[мг/мл]) на абсорбционный сигнал кремния и алюминия.