

**ПРИМЕНЕНИЕ КВАНТОМЕТРА ДФС-10 ДЛЯ АНАЛИЗА ЗОЛЫ,
ШЛАКА И КОТЕЛЬНЫХ ОТЛОЖЕНИЙ**

А. В. ЛЕВКОВСКИЙ, И. Н. БАЛЫЧЕВ, А. Д. ГЛАЗУНОВА

(Представлена научным семинаром кафедры котлостроения
и котельных установок)

Химический анализ минеральных составляющих энергетических углей в лабораторных условиях до сих пор проводился классическими методами силикатного анализа. Однако методы химического анализа материалов силикатного происхождения (например, зол энергетических углей) обладают целым рядом недостатков, главными из которых являются длительность, трудоемкость и применение большого количества разнообразных и дорогостоящих реактивов. В то же время в последние годы все большее значение приобретают инструментальные методы анализа руд, металлов и горных пород, среди которых видное место занимает метод спектрального анализа, осуществляемый с применением таких приборов, как квантометры, стилоскопы, спектрометры и т. д. Достоинствами инструментальных методов анализа, и в частности спектрального анализа, являются широкий диапазон определяемых элементов, быстрота анализа и незначительный расход анализируемого материала, что при проведении исследований процессов сжигания углей при малом объеме отобранных проб имеет немаловажное значение. Учитывая эти обстоятельства, мы применили квантометр ДФС-10 для анализа твердых продуктов сгорания углей.

Квантометр ДФС-10 представляет собой спектральный прибор с фотоэлектрической регистрацией спектра, предназначенный для экспрессного и маркировочного количественного анализа металлов 4 сплавов [1].

В настоящее время разработан ряд методик для анализа горных пород и минералов на приборе ДФС-10 [2]. Однако для анализа золы, шлака и котельных отложений на Si, Ca, Mg, Fe, Al, Mn и Ti он ранее не использовался. Химический состав продуктов сгорания ископаемых углей имеет широкий диапазон содержания отдельных элементов от 0 до 80—90%. Это в значительной степени затруднило работу по выбору подходящих аналитических линий, необходимых для проведения анализа с охватом такого диапазона. Для анализа нами были выбраны аналитические линии, приведенные в табл. 1.

Ежедневно перед началом работы производилась корректировка положения выходных щелей. В качестве опорных линий нами использовались для этих целей следующие:

на второй каретке, линия Fe 4404,8 Å°
на третьей каретке, линия Fe 3466 Å°;
на четвертой каретке, линия Si 2514, Å°.

Процесс приготовления пробы золы, шлака и котельных отложений к анализу состоит в следующем. Исходная проба истирается до прохода через сито в 200 *меш* в агатовой ступке, шлаки и отложения предварительно дробятся. Затем проба прокаливается при температуре 1000°C в течение часа и после охлаждения разбавляется буфером в отношении 1:9, т. е. 9 частей буфера и 1 часть пробы. В буфер вводился внутренний стандарт. В качестве внутреннего стандарта была исполь-

Таблица 1

Длины волн в Å

Кремний	Кальций	Железо	Алюминий	Магний	Марганец	Титан
2881,6	3158,9	4404,8	3082,2	2852,1	2593,7	3372,8
2514,3		3466		5183,6		4533,2

зована медь (линия сравнения $\text{Cu } 3247,5 \text{ Å}$), которая для углей является сравнительно редким элементом и встречается в незначительных количествах. Буфер приготавливается из материала электродов с введением в него 10% окиси меди CuO (ч. д. а.), оба материала истираются до прохода через сито в 200 *меш*. Разбавленная проба тщательно растирается со спиртом и просушивается при температуре 100—105°C. Приготовленные к анализу пробы плотно набиваются в кратер электрода непосредственно перед сжиганием, а до этого хранятся в эксикаторе, в целлофановых пакетиках.

Количественное определение элементов в пробе требует градуировки прибора и производится по градуировочным графикам, которые представлены на рис. 1. Графики построены в координатах $\lg C$, $4n$, где C — концентрация элемента в пробе, n — показания микроамперметра.

Для построения градуировочных графиков нами были приготовлены подобным образом эталоны из смеси окислов. Химический состав эталонов приведен в табл. 2.

Таблица 2

№ эталона	Химический состав, в %							
	SiO_2	CaO	Fe_2O_3	Al_2O_3	TiO_2	MgO	BaO	MnO_2
1	10	60	2	20	0,01	6,5	1,4	0,09
2	10	65	12	6	1,45	5,47	0,03	0,05
4	15	37,5	30	2	1,0	12	0,5	2
10	40	45	7	4	0,75	1,98	0,02	1,25
13	50	40	4	3	1,4	0,95	0,05	0,6
18	60	15	10	4	0,02	9	1	0,98
26	8,0	75	2,5	8	0,1	1,5	2	2,9
27	80	2,5	1	1	0,15	15	0,3	0,05
31	30	40	10	10	1,2	7,9	0,6	0,3
34	60	30	3	3	1,2	1,8	0,2	0,8

Сопоставление результатов анализа золы, полученных на квантометре с данными химического анализа, подтверждает правильность

выбранных эталонов (табл. 3) и показывает достаточно удовлетворительное совпадение результатов.

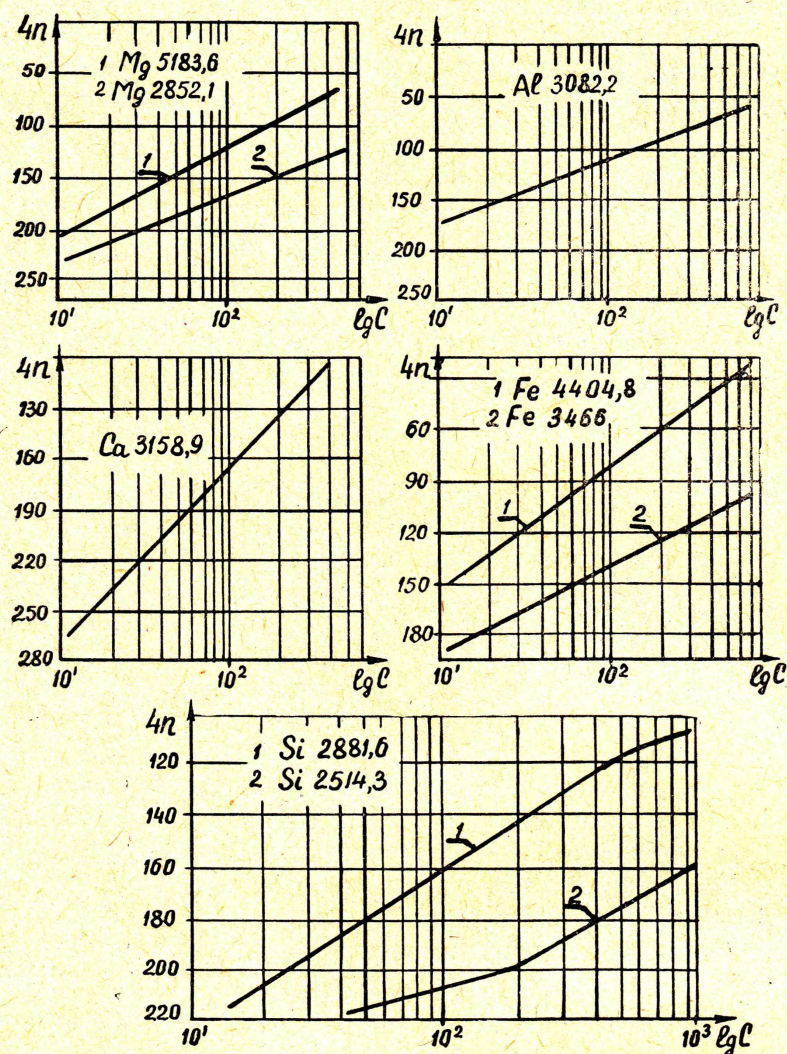


Рис. 1. Градуировочные графики *

Таблица 3

Но- мера проб	Способ определения	Химический состав в %								Σ, %
		SiO ₂	Fe ₂ O ₃	Al ₂ O ₃	CaO	MgO	TiO ₂	MnO ₂	SO ₃	
336	на квантометре	49,0	7,0	19,0	18,0	3,1	1,0	0,15	—	97,25
	химически	48,4	7,0	18,9	18,3	3,2	1,0	—	3,15	99,95
341	на квантометре	42,0	10,5	18,0	20,0	4,0	0,3	0,20	—	96,00
	химически	39,1	10,7	18,7	19,6	3,6	0,6	—	7,5	99,8
345	на квантометре	44,0	8,5	16,0	24,0	4,5	0,2	0,20	—	97,4
	химически	44,7	7,6	14,4	25,1	4,1	0,1	—	3,45	99,45

* Для удобства сравнения концентрации элементов приводится в форме окислов.

Выбор режима возбуждения дуги (род тока, сила тока, напряжение, величина аналитического промежутка, форма заточки электродов) существенно влияет на точность и чувствительность анализа [1, 3, 4]. В результате проведенных нами исследований выбран следующий режим и условия анализа.

Режим работы генератора ГЭУ-1 дуговой, ток переменный, сила тока 20 а, напряжение 220 в, фаза поджига 90°, аналитический промежуток 1,5 мм обжиг 5 сек, экспозиция 45 сек. В работе применялись угольные электроды марки С-2, диаметр 6 мм.

Средние квадратичные ошибки воспроизводимости, позволяющие судить о точности методики, приведены в табл. 4.

Т а б л и ц а 4

Средние квадратичные ошибки по каждому каналу

	Fe ₂ O ₃	SiO ₂	MgO	CaO	TiO ₂	Fe ₂ O ₃	MgO	SiO ₂	MnO ₂	Al ₂ O ₃	TiO ₂
Номер канала	8	11	12	13	16	21	25	27	29	32	34
Ошибка* в %	2,9	1,5	3,7	2,6	3,8	1,5	2,8	1,7	2,1	2,5	3,6

* — среднее из 60 определений.

Годичный опыт использования квантометра ДФС-10 позволяет сделать следующие выводы:

1. Прибор удобен в работе. Значительно сокращается время и трудоемкость проведения анализа. Так, для определения 7 элементов в пробе затрачивается 3 мин, в то время как при определении этих же элементов химическим методом необходимо около 5 суток.

2. Минимальное необходимое количество пробы для анализа составляет 10—25 мг.

3. Применение квантометра ДФС-10 для анализа золы, шлака и котельных отложений дает достаточно удовлетворительные результаты. Средняя ошибка определения не превышает 5%.

4. При применении соответствующих эталонов можно производить анализ некоторых горных пород.

ЛИТЕРАТУРА

1. Фотоэлектрические методы спектрального анализа. Изд.-во Оборонгиз, М., 1961.
2. Спектральный анализ в геологии и геохимии. Изд.-во «Наука», М., 1967.
3. А. Н. З а й д е л ь. Основы спектрального анализа. Изд.-во «Наука», М., 1965.
4. А. Б. Ш а е в и ч. Методы оценки точности спектрального анализа, Изд.-во «Наука», М., 1964.