

Streszczenie

Topniki fluorkowe znajdują zastosowanie w przemyśle metalurgicznym i ceramicznym. W metalurgii topniki fluorkowe są stosowane w procesach upłynniania żużłu oraz wytapiania stali. W przemyśle ceramicznym pełną dwie podstawowe funkcje. Po pierwsze topniki fluorkowe polepszają właściwości produktów poprzez eliminację wilgoci z uzyskanego produktu wpływając na obniżenie stopnia porowatości, plastyczności i skurczliwości wyrobów. Drugą funkcją topników jest obniżanie temperatury prowadzenia procesu wytopu prowadząc do zmniejszenia kosztów produkcji. Właściwości topników fluorkowych są determinowane przez ich skład określony przez Polską Normę PN-61 H-1110. Podstawowym składnikiem topników fluorkowych jest fluorek wapnia (fluoryt). Pozostałymi składnikami topników są zazwyczaj krzemionka i siarczan(VI) baru.

Celem pracy doktorskiej było opracowanie procedury otrzymywania syntetycznych topników fluorkowych z wykorzystaniem kwasu heksafluorokrzemowego i wapna posodowego będących produktami ubocznymi procesów przemysłowych, często o charakterze odpadowym. Podczas prac nad otrzymywaniem syntetycznych topników fluorkowych, okazało się, że brak jest prostej i szybkiej procedury analitycznej oznaczania fluoru w postaci trudno rozpuszczalnej w wodzie soli – fluorku wapnia. Stąd podjęto badania nad opracowaniem, optymalizacją i walidacją procedury analitycznej umożliwiającej rutynowe i wiarygodne oznaczanie zawartości fluoru w postaci fluorku wapnia z wykorzystaniem spektrometrii fluorescencji rentgenowskiej całkowitego odbicia (TXRF – ang. *total reflection X-ray fluorescence*).

Prace badawcze rozpoczęto od określenia założeń do opracowania procedury analitycznej oznaczania fluoru w postaci fluorku wapnia metodą pośrednią. Metoda pośrednia polega na oznaczaniu zawartości wapnia za pomocą spektrometrii TXRF i wyznaczeniu zawartość fluoru w postaci fluorku wapnia w próbce na podstawie stosunku mas molowych wapnia i fluoru w fluorku wapnia.

Następnie zbadano czynniki wpływające na oznaczanie fluoru w postaci fluorku wapnia i przeprowadzono optymalizację procedury analitycznej. Wśród zdefiniowanych i zbadanych czynników znalazły się m. in.: obecność substancji przeszkadzających w oznaczeniu, możliwość występowania interferencji spektralnych, skład wzorca wewnętrznego i nośników próbek, czas pomiaru oraz objętość próbek nanoszonych na dyski pomiarowe. Kolejnym etapem prac była walidacja opracowanej procedury analitycznej obejmująca

wyznaczenie m. in. liniowości, zakresu pomiarowego, czułości, granicy wykrywalności i oznaczalności, precyzji i dokładności. Oszacowano również niepewność wyników pomiarów, składowe budżety niepewności i wpływ niepewności poszczególnych parametrów procesu analitycznego na wartość złożonej standardowej niepewności pomiaru. Przykładem zastosowania zwalidowanej procedury analitycznej było oznaczenie zawartości fluoru w postaci fluorku wapnia w dwóch próbkach topników fluorkowych.

Prace nad opracowaniem procedury otrzymywania syntetycznych topników fluorkowych rozpoczęto od określenia składu i właściwości surowców wykorzystywanych do otrzymywania syntetycznych topników fluorkowych. Następnym etapem prac była optymalizacja procedury otrzymywania syntetycznych topników fluorkowych, która obejmowała sprawdzenie wpływu następujących czynników: stężenie użytego kwasu fluorokrzemowego, temperatura prowadzenia procesu, nadmiar węglanu wapnia, rodzaj użytych substratów, obecność dodatku jonów. Na podstawie przeprowadzonych doświadczeń zaprojektowano technologię otrzymywania syntetycznych topników fluorkowych, która zweryfikowano w skali wielkolaboratoryjnej.

W wyniku przeprowadzonych badań uzyskano syntetyczne topniki fluorkowe z surowców przemysłowych – kwasu heksafluorokrzemowego (produkt uboczny produkcji kwasu fosforowego(V)) oraz wapna posodowego (produkt uboczny produkcji sody metodą Solvay'a). Skład otrzymanych topników fluorkowych został określony za pomocą opracowanej procedury analitycznej.

Opracowana procedura analityczna oznaczania zawartości fluoru w postaci fluorku wapnia oraz procedura otrzymywania syntetycznych topników fluorkowych może być podstawą opracowania przemysłowej technologii produkcji topników fluorkowych z surowców będących niezagospodarowanymi produktami ubocznymi procesów przemysłowych.