

## Экспресс-метод определения фосфора и калия в растворе питательных солей

Я. ГОРОДЕНСКАЯ, младший научный сотрудник, В. Г. ТРЕГУБ, доцент, Киевский технологический институт пищевой промышленности, С. Ф. МОРОЗОВ, старший научный сотрудник, Е. АРТЕМЬЕВА, инженер, Л. П. ВЫДОВА, заведующий лабораторией, ИИГидролиз

птимальная концентрация макроэлементов (азота, фосфора и калия) в питательном субстрате способствует увеличению выхода дрожжей и содержания в них сырого протеина. Однако существующие на гидролизных заводах условия хранения сухих солей, отсутствие автоматической системы их дозирования оперативного контроля качества раствора приводят к нарушению солевого питания в процессе выращивания дрожжей. Внедрение оперативного контроля за содержанием фосфора и калия в растворах питательных солей позволяет готовить растворы заданной концентрации.

Применяемые в гидролизной промышленности лабораторные методы определения фосфора и калия трудоемки и продолжительны. Длительность лабораторного анализа раствора питательных солей по фосфору составляет 60, а по калию 160 мин, что делает практически невозможным использовать результаты для оперативного контроля.

Сотрудники Киевского ордена Трудового Красного Знамени технологического института пищевой промышленности разработали экспресс-метод определения содержания фосфора и калия в растворах питательных солей [1], основанный на многопараметрическом вычислительном методе анализа многокомпонентных смесей [2].

Метод включает в себя измерение плотности, удельной электропроводности и температуры растворов с последующим решением уравнений зависимости между значениями измеряемых параметров и концентрацией элементов.

Функциональные зависимости «состав — свойства», описывающие связь между физическими свойствами раствора (плотностью, удельной электропроводностью и

температурой) и содержанием фосфора и калия имеют следующий вид:

$$\begin{aligned} \rho &= a_1 + a_2 C_{K_2O} + a_3 C_{P_2O_5} + a_4 t_0 + \\ &+ a_5 C_{K_2O} C_{P_2O_5} + a_6 C_{K_2O} t_0 + a_7 C_{P_2O_5} t_0 + \\ &+ a_8 C_{K_2O} C_{P_2O_5} t_0 \quad (1) \\ \kappa &= b_1 + b_2 C_{K_2O} + b_3 C_{P_2O_5} + b_4 t_x + \\ &+ b_5 C_{K_2O} C_{P_2O_5} + b_6 C_{K_2O} t_x + b_7 C_{P_2O_5} t_x + \\ &+ b_8 C_{K_2O} C_{P_2O_5} t_x \end{aligned}$$

где  $\rho$  — плотность раствора питательных солей, кг/м<sup>3</sup>;  $\kappa$  — удельная электропроводность, См/м;  $t_0$  и  $t_x$  — температура анализируемой пробы в момент измерения плотности и удельной электропроводности соответственно °C;  $a_i$  и  $b_i$  — коэффициенты модели.

Целью настоящей работы являлось определение погрешности экспресс-метода применительно к модельным водным растворам технических солей суперфосфата и хлористого калия. Численные значения коэффициентов модели для этого случая приведены в табл. 1.

Таблица 1

$a_i$	Численные значения	$b_i$	Численные значения
$a_1$	1007,4513	$b_1$	0,2276
$a_2$	1,1068	$b_2$	0,1362
$a_3$	1,2139	$b_3$	0,0206
$a_4$	-0,3232	$b_4$	0,0142
$a_5$	$1,0195 \cdot 10^{-3}$	$b_5$	$-0,4058 \cdot 10^{-3}$
$a_6$	$-1,2535 \cdot 10^{-3}$	$b_6$	$4,4863 \cdot 10^{-3}$
$a_7$	$-1,0946 \cdot 10^{-3}$	$b_7$	$0,7124 \cdot 10^{-3}$
$a_8$	$-2,8953 \cdot 10^{-6}$	$b_8$	$-1,9061 \cdot 10^{-5}$

Модельные растворы готовили концентрацией, близкой к производственным

растворам питательных солей, т. е. с содержанием фосфора в пересчете на  $P_2O_5$  15—40 г/л и калия в пересчете на  $K_2O$  8—20 г/л. В растворах солей определяли содержание фосфора и калия экспресс-методом. При этом плотность измеряли с помощью ареометра общего назначения А2 1000—1080 кг/м<sup>3</sup>, удельную электропроводность — на кондуктометре типа ММЗЧ-04 в комплекте с датчиком типа УД02/1, температуру — при помощи лабораторного термометра с ценой деления 0,1°С. Эта информация вводилась в специализированную вычислительную машину (СВМ) «Электроника ТЗ—16»: для которой были разработаны алгоритм и программа решения системы уравнений (1). Одновременно в модельных растворах солей определяли концентрацию фосфора фотоколориметрическим [3], калия — тетрафенилборатным [4] методами. Результаты определения фосфора и калия экспресс-методом в сравнении с химическими методами представлены в табл. 2.

Из приведенных данных видно, что относительная погрешность определения фосфора экспресс-методом составила 0—4,7%, калия — до 18,9%. При этом наблюдается систематическая погрешность: завышения значений концентраций калия в 1,09 раза по сравнению с данными определений тетрафенилборатным методом. Обратное значение этой погрешности использовано в качестве поправочного коэффициента. Умножая данные экспресс-метода на поправочный коэффициент, получили истинное значение концентрации калия (табл. 2). Полученные данные показывают, что погрешность определения концентрации калия снизилась до  $\pm 0,8—8,8\%$  и находится в допустимых пределах для экспресс-определений.

Таблица 2

Значения измеренных параметров				Концентрация $P_2O_5$ , г/л		Погрешность		Концентрация $K_2O$ , г/л		Погрешность		Концентрация $K_2O$ , г/л		Погрешность	
$\rho$ , кг/м <sup>3</sup>	$\kappa$ , См/м	$t_0$ , °C	$t_x$ , °C	экспресс-метод	фотоколориметрический метод	абсолютная, г/л	относительная, %	экспресс-метод	тетрафенилборатный метод	абсолютная, г/л	относительная, %	экспресс-метод с учетом поправочного коэффициента	абсолютная, г/л	относительная, %	
															абсолютная, г/л
1043,8	5,00	28,5	28,6	25,7	25,5	+0,2	0,8	13,8	12,8	+1,0	7,8	12,7	-0,1	0,8	
1034,5	4,00	28,6	28,6	21,3	21,3	0,0	0,0	10,2	9,1	+1,1	12,1	9,4	+0,3	3,2	
1029,5	3,38	28,7	28,5	19,2	19,3	-0,1	0,5	8,2	7,2	+1,0	11,1	7,3	+0,1	1,4	
1039,8	4,50	28,1	28,0	23,7	24,8	-1,1	4,4	12,2	11,0	+1,2	10,9	11,2	+0,2	1,8	
1044,2	4,49	28,8	29,0	28,6	28,3	+0,3	1,0	11,2	10,1	+1,1	10,9	10,3	+0,2	1,9	
1042,0	4,63	26,9	26,9	24,4	25,6	-1,2	4,7	13,0	11,0	+2,0	18,2	11,9	+0,9	7,6	
1045,0	4,58	26,6	26,9	27,3	27,5	-0,2	0,7	12,5	10,6	+2,0	18,9	11,5	+0,9	7,8	
1052,8	5,06	24,4	24,4	30,9	32,1	-1,2	3,6	15,0	14,0	+1,0	7,1	13,8	-0,2	1,4	
1046,7	4,68	28,3	28,4	28,3	28,5	-0,2	0,7	13,6	13,4	+0,2	1,5	12,5	-0,9	7,1	
1031,0	3,23	24,2	24,2	18,5	19,0	-0,5	2,6	8,6	7,9	+0,7	8,9	7,9	0,0	0,0	
1043,3	4,19	24,9	24,9	26,2	25,5	+0,7	2,7	11,6	10,7	+0,9	8,4	10,6	-0,1	1,0	
1024,6	2,99	28,4	28,3	15,9	16,0	-0,1	0,6	6,9	6,5	+0,4	6,2	6,3	-0,2	3,2	
1068,0	6,69	28,5	28,3	40,5	40,4	+0,1	0,2	19,6	18,3	+1,3	7,1	18,0	-0,3	1,7	
1043,9	4,54	27,9	27,7	27,2	26,5	+0,7	2,5	12,0	10,7	+1,3	12,2	11,0	+0,3	2,7	
1020,1	2,55	27,8	27,8	13,0	13,3	-0,3	2,3	5,7	5,7	0,0	0,0	5,2	0,5	8,8	

Число делений	Показатели точности определения фосфора						Показатели точности определения калия					
	$\bar{x}_{P_2O_5}$ г/л	$\sigma$ , г/л	$S$ , г/л	$S_r$ , %	$\epsilon_{0,95}$ , г/л	$\epsilon_0$ , %	$\bar{x}_{K_2O}$ г/л	$\sigma$ , г/л	$S$ , г/л	$S_r$ , %	$\epsilon_{0,95}$ , г/л	$\epsilon_0$ , %
15	27,7	0,7	0,2	0,6	0,4	1,4	10,9	0,5	0,1	1,2	0,3	2,6
10	18,9	0,4	0,1	0,6	0,3	1,4	7,6	0,3	0,1	1,3	0,2	3,0
10	24,1	0,4	0,1	0,5	0,3	1,1	11,6	0,4	0,1	1,0	0,3	2,0

ультаты математической обработки вестной методике [5] данных экспресса определения фосфора и калия в льных растворах солей суперфосфата уристого калия приведены в табл. 3.

Приведенных данных видно, что ее квадратичное отклонение результатов наблюдения  $\sigma$  не превышает единицы при определении содержания фосфора, калия. Среднее квадратичное отклонение

результата измерения ( $S =$

$$\sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n(n-1)}}$$

находится в пре-

0,12—0,17 для фосфора и 0,1—г/л для калия. Относительная квадратичная погрешность результата

измерения ( $S_r = \frac{S}{\bar{x}} \cdot 100\%$ ) не превы-

1% при определении фосфора и — калия. Максимальная погрешность — результата ( $\epsilon_{0,95} = t_{0,95} S$ ) определения составляет 0,27—0,37, ка-0,23—0,28 г/л, при этом максима относительная погрешность сред-

результата ( $\epsilon_0 = \frac{\epsilon_{0,95}}{\bar{x}} \cdot 100\%$ ) при елении фосфора составляет 1,12—калия 2,3—3,03% с учетом попра-го коэффициента.

Полученные данные свидетельствуют о высокой воспроизводимости метода и достаточной для экспресс-определений точности.

В результате хронометрирования операций подготовки и выполнения измерений концентраций фосфора и калия в растворе питательных солей при помощи экспресс-метода было установлено, что продолжительность последнего не более 30 мин.

Точность и продолжительность экспресс-метода позволяют использовать его для оперативного контроля за технологическим процессом приготовления раствора питательных солей.

#### Выводы

1. Проведены лабораторные исследования экспресс-метода определения фосфора и калия в водных растворах суперфосфата и хлористого калия (технического). Показано, что при определении калия необходимо вводить поправочный коэффициент, равный 0,917.

2. Методом математической статистики проведена обработка результатов экспресс-метода определения концентрации фосфора и калия. Показано, что он обладает высокой воспроизводимостью результатов. Максимальная относительная погрешность среднего результата ( $\epsilon_0$ ) не превышает 1,4 при определении фосфора и 3,0% — калия.

3. Экспресс-метод может быть рекомендован заводам для анализа питательных солей на содержание фосфора и калия.

#### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Автоматизированная система управления соевым отделением Кировского биохимического завода / В. Я. Городенская, В. Г. Трегуб, Н. П. Веклич, Е. З. Калининская. — В сб.: Материалы конференции по проектированию АСУТП в микробиологической промышленности. Киев, Институт автоматизации, 1977 (рукопись деп. в Укрниити 19.07. 77, № 794).

2. Попов Р. Б. Многопараметрический вычислительный метод автоматического анализа многокомпонентных производственных растворов. — В кн.: Автоматизация химических производств. Киев, Укрниити, 1964, вып. 2, с. 144.

3. К автоматическому определению фосфора в гидролизных средах / С. Ф. Морозова, Л. П. Выродова, Т. С. Минина и др. — Гидролизная и лесохимическая пром-сть, 1978, № 4, с. 22—23.

4. Морозова С. Ф., Румянцев В. А. Определение калия в гидролизных средах. — Гидролизная и лесохимическая пром-сть, 1974, № 1, с. 11—13.

5. Снесарев К. А. и др. Метрологические основы аналитического контроля химических производств. М., Гослесбуиздат, 1960, с. 203.