

З. М. ТОКАЕВА, С. О. БАЙСАНОВ, С. М. ТЕМИРГАЗИЕВ, В. А. САЛИНА

## СРАВНИТЕЛЬНЫЙ АНАЛИЗ МЕТОДОВ ОПРЕДЕЛЕНИЯ БАРИЯ В СПЛАВЕ НОВОГО ПОКОЛЕНИЯ

Химико-металлургический институт им. Ж.Абишева, г. Караганда

*В настоящей статье приведены результаты по определению содержания бария в новом сплаве – барийсодержащий силикомарганец спектральным атомно-эмиссионным и гравиметрическим методами. Полученные значения имеют хорошую сходимость. Вычисленная оценка неопределенности результатов ( $\pm 0,3\%$ ) является допустимой величиной, что позволяет применять гравиметрический метод для определения содержания бария в этом сплаве.*

Химико-металлургический институт им. Ж.Абишева на протяжении нескольких десятков лет дополняет международную номенклатуру ферросплавов новыми сплавами. К таким сплавам относится и барийсодержащий силикомарганец, применение которого в сталеплавильном производстве позволит существенно повысить качество готовой продукции. В работах [1-3] доказано, что наиболее эффективно применение бария в составе комплексных сплавов, так как за счёт введения модификатора в сталь повышается растворимость и степень усвоения ведущих элементов, происходит более глубокое раскисление стали, а также снижается загрязнение металла неметаллическими включениями.

Целью настоящей работы является установление возможности применения гравиметрического метода для определения содержания бария в комплексном сплаве – барийсодержащий силикомарганец.

Трудность разработки высокоеффективных химических методов определения бария обусловлена отсутствием чувствительных и специфических реагентов на этот элемент.

Наиболее приемлемым показал себя спектральный атомно-эмиссионный метод определения бария в сплаве, разработанный в ИМЕТ УрО РАН, с использованием аналитической спектральной линии 452,493 нм на спектрофотометре с индуктивно-связанной плазмой согласно инструкции по эксплуатации прибора. Однако применение линии атома бария (553,5 нм) ограничено тем, что она совпадает с пиком молекулярной полосы кальция, а использование других линий бария не обеспечивает требуемой чувствительности определений [4, 5].

Наиболее доступным методом в определенных условиях, по сравнению со спектральным атомно-эмиссионным анализом, является гравиметрический, основанный на осаждении бария в виде сульфата –  $BaSO_4$ . В качестве осадителей чаще всего применяют раствор серной кислоты или сернокислого аммония [4].

Определение содержания бария в силикомарганце в ХМИ им. Ж.Абишева проводят по следующей методике: навеску пробы в зависимости от содержания бария массой 1-5 г разлагают в платиновой чашке поочередно следующими кислотами: фтористоводородная, азотная и серная в соотношении 1:1. Раствор выпаривают до выделения паров серной кислоты, охлаждают, осторожно разбавляют водой, помещают в стеклянный стакан с осадком и оставляют на 15 часов для образования более крупных кристаллов барита –  $BaSO_4$ . Затем нерастворимый осадок отфильтровывают через беззольный фильтр и промывают водой с температурой, равной 60-70°C. Осадок сплавляют с содой в платиновых тиглях, затем сплав выщелачивают водой. Осадок отфильтровывают и промывают слабым раствором соды. Фильтрат отбрасывают, а осадок растворяют в соляной кислоте. Полученный раствор разбавляют водой, доводят до кипения и осаждают барий серной кислотой в соотношении 1:1. Осадок отстаивают на 15 часов. Затем его отфильтровывают через беззольный плотный фильтр, промывают водой с температурой, равной 60-70°C, озолят во взвешенном фарфоровом тигле, прокаливают при температуре 850°C, после чего взвешивают сульфат бария.

Произведение, полученное умножением веса осадка на 0,6570, равно содержанию бария в силикомарганце [6]. Результаты количественного определения бария в силикомарганце спектральным атомно-эмиссионным и гравиметрическим методами в сравнении представлены в таблице.

**Таблица.** Результаты по определению содержания бария в барийсодержащем силикомарганце

Номер пробы Метод	Содержание бария в сплаве, масс. %						
	№ 8	№ 12	№ 14	№ 21	№ 25	№ 26 (порошок)	№ 26* (кусковой)
Спектральный атомно-эмиссионный	0,033	0,084	0,134	0,858	0,80	2,09	1,94
Гравиметрический	не обн.	не обн.	не обн.	0,72	0,83	1,71	1,71

Примечание: \* – дробление и измельчение проведено в ИМЕТ УрО РАН

Далее была осуществлена оценка неопределенностей результатов по определению массовой доли бария в барийсодержащем силикомарганце для сплава № 26 (порошок и кусковой). Полученные неопределенности являются расширенными и рассчитаны из соответствующих суммарных стандартных неопределенностей [7]. Исходя из предположения нормального закона распределения результатов измерений, т.е. при коэффициенте охвата  $K$ , равном 2 и доверительной вероятности  $P=0,95$ , получили следующие результаты по определению массовой доли бария для обоих методов:

$$y = x_{\text{опр.}} \pm U_p, \text{ при } K = 2, P = 0,95;$$

$$y = 1,71 \pm 0,3 \%, \text{ при } K = 2, P = 0,95,$$

где  $y$  – оценка измеряемой величины;  $x_{\text{опр.}}$  – оценка входной величины;  $U_p$  – расширенная неопределенность для уровня доверия  $P$ ;  $K$  – коэффициент при суммировании систематической и случайной составляющих суммарной погрешности, принятый в НД ГСИ по метрологии;  $P$  – доверительная вероятность.

Таким образом, полученные значения содержания бария в барийсодержащем силикомарганце спектральным атомно-эмиссионным и гравиметрическими методами имеют хорошую сходимость, а вычисленная оценка неопределенности результатов ( $\pm 0,3 \%$ ) показала возможность применения гравиметрического метода для определения содержания бария в новом сплаве.

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Гольдштейн Я.Е., Мизин В.Г. Модифицирование и микролегирование чугуна и стали. М.: Металлургия. 1986. 272 с.
2. Друинский М.И., Жучков В.И. Получение комплексных ферросплавов из минерального сырья Казахстана. Алматы: Наука. 1988. 208 с.
3. Альмов А.А., Скок Ю.А., Мовчан М.Б., Сеничкин В.В., Ракевич С.З. Повышение качества листовой стали модифицированием комплексными сплавами // Сталь. 1980. № 8. С. 677-679.
4. Фрумина Н.С., Горюнова Н.Н., Еременко С.Н. Аналитическая химия бария. М.: Наука. 1977. 199 с. с илл.
5. Шемет В.В., Малыгина Л.В., Луфт Б.Д., Миляевский Ю.С., Павельева О.Х. Пламенно-фотометрическое определение кальция, стронция и бария в сложных ниобатах // Журн. анализ. химии. 1972. Т. XXVII. Вып. 12. С. 2341-2344.
6. Книпович Ю.Н., Морачевский Ю.В. Анализ минерального сырья. Л.: Ленгосхимиздат. 1956. 1055 с.
7. РМГ 43-2001. Применение «Руководства по выражению неопределенности измерений». Введ. 2003-07-01. Минск: Межгосударственный совет по стандартизации, метрологии и сертификации. 2003. 19 с.

Tokaeva Z., Baisanov S., Temirgaziev S., Salina V.

#### COMPARATIVE SURVEY OF BARIUM DETERMINATION METHODS IN ALLOY OF NEW GENERATION

Abishev Chemistry and Metallurgy Institute, Karaganda

The paper describes determination of barium in a new alloy – barium-containing silicomanganese by means of atomic emission spectral analysis and gravimetric analysis. High repeatability of measurements was achieved with both methods. Estimated uncertainty ( $\pm 0,3\%$ ) does not exceed allowable limits confirming the adequacy of the gravimetric method for barium determination in a new alloy.

Тоқаева З.М., Байсанов С.О., Темірғазиев С.М., Салина В.А.

ЖАҢА БУЫНДЫ ҚОРЫТПАДАҒЫ БАРИЙДІ АНЫҚТАУ ӘДІСТЕРИНЕ  
САЛЫСТЫРМАЛЫ ТАЛДАУ

Ж.Әбішев атындағы Химия-металлургия институты, Қарағанды қаласы

Осы мақалада жана қорытпадағы – барийқұрамдас силикомарганецтің ішіндегі барий мөлшерін спектрлі атомды-эмиссиялық және гравиметриялық әдістермен анықтаған кездегі нәтижелер көлтірілген. Алынған шамалардың үйлесімділігі жаксы. Нәтижелердің анықеместік шамасы ( $\pm 0,3\%$ ) аспағандықтан, ол осы корытпадағы барий мөлшерін анықтау үшін гравиметриялық әдісті қолдану мүмкін болып отыр.