УДК 622.349.3-15:546.431-31.06:006.354 Группа А39

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

КОНЦЕНТРАТЫ РЕДКОМЕТАЛЛИЧЕСКИЕ

Метод определения окиси бария

Raremetallic concentrates
Method for the determination
of barium oxide

ГОСТ 25702.2—83*

ОКСТУ 1760

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 5 апреля 1983 г. № 1613 срок введения установлен

с 01.07.84

Постановлением Госстандарта СССР от 29.09.88 № 3359 срок действия продлен до 01.07.99

Настоящий стандарт распространяется на редкометаллические концентраты и устанавливает атомно-абсорбционный метод определения окиси бария (при массовой доле от 0,4 до 12%) в целестиновом концентрате, содержащем от 70 до 95 % сернокислого стронция, не более 15 % окиси кальция и не более 2 % суммы окисей алюминия, кремния и железа.

Метод основан на атомизации раствора навески пробы в пламени закись азота — ацетилен и измерении атомного поглощения бария после предварительной химической подготовки пробы. Влияние состава пробы устраняют добавлением хлористого калия.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа и требования безопасности — по ГОСТ 25702.0—83.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Весы аналитические.

Весы технические.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

* *Переиздание (май 1994 г.) с Изменением № 1, утвержденным в сентябре 1988 г. (ИУС 1—89).*

gost.e-ecolog.ru

Плитка электрическая.

Шкаф сушильный с терморегулятором, обеспечивающий температуру 150 °С.

Электропечь муфельная с терморегулятором, обеспечивающая температуру 1000 °С.

Спектрофотометр атомно-абсорбционный модели Перкин-Элмер или аналогичный прибор, предназначенный для работы с пламенем закись азота — ацетилен.

Горелка со щелью длиной 50 мм.

Лампа полого катода, предназначенная для определения бария.

Ацетилен в баллонах технический по ГОСТ 5457—75.

Закись азота.

Тигли никелевые или платиновые вместимостью 20 см³.

Бюксы стеклянные.

Воронки стеклянные.

Колбы мерные вместимостью 100, 250 и 1000 см³.

Пипетки вместимостью 2, 5, 10, 15, 20 и 25 см³ без делений.

Стаканы стеклянные лабораторные вместимостью 250 см³.

Цилиндры мерные вместимостью 25 и 100 см³.

Эксикатор.

Фильтры бумажные обеззоленные «синяя лента».

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и разбавленная 1:3.

Калий-натрий углекислый, безводный по ГОСТ 4332—76.

Кальций хлористый плавленый.

Калий хлористый по ГОСТ 4234—77.

Раствор хлористого калия; готовят следующим образом: навеску хлористого калия массой 57,3 г растворяют в воде, раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и доводят водой до метки.

1 см³ раствора содержит 30 мг калия.

Барий углекислый по ГОСТ 4158—80.

Растворы окиси бария:

Основной раствор. Навеску углекислого бария массой 1,2869 г, предварительно высушенного до постоянной массы при 110—115 °С, помещают в стакан вместимостью 250 см³, смачивают водой и растворяют в 20 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:3. Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 10 мг окиси бария;

Рабочий раствор. Отбирают пипеткой 5 см³ основного раствора окиси бария, переводят его в мерную колбу вместимостью 100 см³, раствор доводят до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 0,5 мг окиси бария.

Растворы сравнения; готовят следующим образом: в пять мерных колб вместимостью по 100 см³ вводят 2,0; 5,0; 10,0; 15,0 и 20,0 см³рабочего раствора окиси бария, в каждую колбу приливают по 10 см³ раствора хлористого калия, доливают водой до метки и перемешивают. Растворы содержат 10,0; 25,0; 50,0; 75,0 и 100,0 мкг/см³ окиси бария соответственно.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску пробы, массой 0,5 г (при массовой доле окиси бария 0,4—2 %) и 0,2 г (при массовой доле окиси бария 2—12 %) помещают в никелевый или платиновый тигель и перемешивают с 2 г безводного углекислого калия-натрия. Смесь сплавляют при 950 °С в течение 60 мин в муфельной печи. После охлаждения тигель помещают в стакан вместимостью 250 см³, приливают 100 см³ горячей воды и выщелачивают плав при кипячении. Раствор охлаждают и фильтруют. Тигель и стенки стакана ополаскивают водой и количественно переносят осадок на фильтр. Осадок промывают четыре раза водой. Воронку с фильтром и осадком вставляют в горло мерной колбы вместимостью 100 см³ (масса навески 0,5 г) или 250 см³ (масса навески 0,2 г) и осторожно растворяют углекислые соли в 20 см³ горячей соляной кислоты, разбавленной 1:3. Фильтр промывают три раза водой, собирая промывные воды в мерную колбу вместимостью 100 или 250 см³. Затем в мерную колбу вводят раствор хлористого калия (в мерную колбу вместимостью 100 см³—10 см³, вместимостью 250 см³—25 см³), доливают объем до метки водой и перемешивают.

Одновременно готовят раствор контрольного опыта. Для этого в мерную колбу вместимостью 100 или 250 см³ (согласно анализируемой навеске) вводят 20 см³ раствора соляной кислоты, разбавленной 1:3, и 10 или 25 см³ раствора хлористого калия, объем доливают водой до метки и перемешивают.

Настраивают спектрофотометр в соответствии с прилагаемой к нему инструкцией. После подачи газов и зажигания горелки распыляют в пламя закись азота — ацетилен последовательно раствор контрольного опыта, растворы двух параллельных навесок анализируемой пробы, растворы сравнения и измеряют оптические плотности. Измерения оптической плотности повторяют распыляя растворы в обратной последовательности.

По полученным средним арифметическим значениям оптической плотности, вычисленным из двух значений, и соответствующим им концентрациям окиси бария в растворах сравнения строят градуировочный график.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Из двух значений оптической плотности для каждого раствора пробы и раствора контрольного опыта находят соответственно их средние арифметические значения и по градуировочному графику определяют концентрацию окиси бария в растворе контрольного опыта и в растворах пробы. Вводят поправку на величину контрольного опыта.

4.2. Массовую долю окиси бария (X) в пересчете на сухое вещество в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{C \cdot V \cdot K \cdot 100}{m \cdot 1000 \cdot 1000},$$

где C — найденная концентрация окиси бария в растворе навески **пробы за вычетом поправки контрольного опыта, мкг/см³;**

V — объем анализируемого раствора, см³;

K — коэффициент пересчета по ГОСТ 25702.0—83, п. 1.5;

m — масса навески пробы, г;

1000·1000 — коэффициент пересчета граммов на микрограммы.

4.3. Расхождения между результатами двух параллельных определений не должны превышать величин, указанных в табл. 2.

Таблица 2*

Массовая доля окиси бария, %	Допускаемое расхождение, %
0,4	0,1
2,0	0,2
6,0	0,6
12,0	1,0

Разд. 4. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

gost.e-ecolog.ru

* Табл. 1 исключена (Изм. № 1).