ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

ЛИТИЯ ГИДРООКИСЬ ТЕХНИЧЕСКАЯ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 8595—83

Издание официальное

Е

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 661.834.23:006.354 Группа Л13

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ЛИТИЯ ГИДРООКИСЬ ТЕХНИЧЕСКАЯ

Технические условия

Technical lithium hydroxide.
Specifications

ГОСТ 8595—83

Взамен ГОСТ 8595—75

ОКП 70 2652

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 19 декабря 1983 г. № 6729 срок действия установлен

с 01.01.85
до 01.01.90

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на техническую гидроокись лития, применяемую в производстве водостойких смазочных материалов, в качестве добавки к электролиту для щелочных аккумуляторов, в системах кондиционирования воздуха, в аналитической химии, в качестве исходного сырья для получения различных соединений лития и других целей, и устанавливает требования к гидроокиси лития, изготовляемой для нужд народного хозяйства и для поставки на экспорт.

Показатели технического уровня гидроокиси лития, установленные настоящим стандартом, предусмотрены для высшей и первой категорий качества.

Формула $LiOH \cdot H_2O$.

Молекулярная масса (по международным атомным массам 1973 г.) — 41,96.

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Гидроокись лития должна изготовляться в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

Гидроокись лития изготовляют двух марок: ЛГО-1 и ЛГО-3.

1.2. По физико-химическим показателям гидроокись лития должна соответствовать нормам, указанным в табл. 1.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

★

Е

© Издательство стандартов, 1984

Таблица 1

Наименование показателя	Норма для марки	
	ЛГО-1 высшей категории качества	ЛГО-3 первой категории качества
	ОКП 70 2432 1001	ОКП 70 2432 1003
1. Массовая доля гидроокиси лития (LiOH), %, не менее	56,7	53,0
2. Массовая доля примесей, %, не более:		
карбонаты (CO_3)	0,4	0,8
натрий+калий (Na+K)	0,002	1,0
кальций (Ca)	0,001	0,06
магний (Mg)	0,001	0,01
алюминий (Al)	0,01	0,05
железо (Fe)	0,001	0,01
кремний (Si)	0,007	0,04
свинец (Pb)	0,0005	0,01
хлориды (Cl)	0,02	0,04
сульфаты (SO_4)	0,01	0,1

2. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2.1. Гидроокись лития — едкое вещество, относится к первому классу опасности по ГОСТ 12.1.007—76.

Гидроокись лития обладает общетоксическим действием на организм человека и выраженным местным раздражающим действием на кожу, слизистые оболочки верхних дыхательных путей и глаз

Предельно допустимая концентрация аэрозоля гидроокиси лития в воздухе рабочей зоны — 0,02 мг/м³ (по иону лития).

Гидроокись лития пожаро- и взрывобезопасна.

2.2. Гидроокись лития растворяется в воде, растворимость ее увеличивается с повышением температуры и она полностью диссоциирует на окись лития и воду при температуре 1000 °С.

На воздухе гидроокись лития поглощает углекислый газ и образует углекислый литий, токсичность которого определяется наличием лития.

2.3. Предельно допустимая концентрация лития в воде водоемов санитарно-бытового водопользования — 0,03 мг/дм³.

При спуске сточных вод, содержащих гидроокись лития, концентрация лития в водоеме в месте водопользования не должна превышать указанный уровень.

2.4. Рабочие помещения, в которых проводятся работы с гидро-

окисью лития, должны быть оборудованы приточно-вытяжной вентиляцией по ГОСТ 12.4.021—75.

Операции, связанные с пылеобразованием (сушка, просев, ситовой анализ, фасование и др), должны выполняться в вытяжных шкафах или под укрытием, обеспеченным местной вытяжной вентиляцией.

2.5. Рабочие помещения должны быть оборудованы питьевыми фонтанчиками или другими средствами с постоянным притоком питьевой воды по ГОСТ 2874—82 и аптечками первой помощи.

2.6. В состав производственных помещений должны входить бытовые помещения, предусматривающие раздельное хранение домашней и специальной одежды, средства защиты органов дыхания и зрения.

2.7. К работе с гидроокисью лития допускаются лица не моложе 18 лет, не имеющие медицинских противопоказаний, обученные и проинструктированные по технике безопасности согласно ГОСТ 12.0.004—79.

2.8. Все работающие с гидроокисью лития должны быть обеспечены специальной одеждой, специальной обувью и средствами защиты рук по ГОСТ 12.4.103—80 в соответствии с типовыми отраслевыми нормами, утвержденными в установленном порядке. Для защиты органов дыхания применяют респиратор типа «Лепесток—200» по ГОСТ 12.4.028—76, для глаз — герметичные очки по ГОСТ 12.4.003—80.

2.9. После работы с гидроокисью лития обслуживающий персонал должен обязательно принять гигиенический душ.

2.10. При попадании гидроокиси лития на кожные покровы следует немедленно смыть большим количеством воды, затем пораженный участок обработать 1—2%-ным раствором борной кислоты по ГОСТ 9656—75.

2.11. При попадании гидроокиси лития в глаза необходимо немедленно и длительно промыть их обильной струей воды, затем 1—2%-ным раствором борной кислоты. Тереть глаза не следует. После оказания первой помощи необходимо обратиться в лечебное учреждение.

3. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

3.1. Гидроокись лития принимают партиями. Партия должна состоять из гидроокиси лития одной марки массой не более 6 т и быть оформлена одним документом о качестве, содержащим:

наименование предприятия-изготовителя и его товарный знак;

наименование продукта;

марку продукта;

количество мест в партии;
массу брутто;
массу нетто;
дату изготовления продукта;
результаты анализа;
штамп технического контроля;
обозначение настоящего стандарта.

3.2. Для контроля качества гидроокиси лития отбирают точечную пробу от каждого места партии. Для гидроокиси лития марки ЛГО-1 допускается отбирать точечную пробу от каждого десятого места партии продукта.

3.3. При получении неудовлетворительных результатов анализа хотя бы по одному из показателей проводят повторный анализ на удвоенном количестве проб, взятых от той же партии. Результаты повторного анализа распространяются на всю партию продукта.

4. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

4.1. Отбор проб

4.1.1. Точечные пробы отбирают механическим пробоотборником при поступлении продукта в тару или в центральной точке поперечного сечения тары щупом, погружая его не менее чем на $^3/_4$ высоты слоя продукта в таре.

4.1.2. Точечные пробы объединяют, тщательно перемешивают и способом квартования сокращают до 300—400 г, затем перемешивают и делят на две равные части.

4.1.3. Пробы помещают в две стеклянные банки с резиновыми, притертыми стеклянными пробками или навинчивающимися крышками. Пробки или крышки парафинируют и на банки наклеивают ярлыки, на которых указывают:
наименование продукта;
номер партии;
дату отбора пробы;
штамп или номер технического контроля;
обозначение настоящего стандарта.

4.1.4. Одну пробу направляют в лабораторию для проведения анализа. Вторая проба должна храниться в течение трех месяцев со дня отбора пробы на случай возникновения разногласий в оценке качества продукта.

4.2. Общие требования к методам анализа

4.2.1. За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений.

Допускаемые расхождения между двумя параллельными опре-

делениями (ДР) при доверительной вероятности $P=0,95$ вычисляют по формуле

$$ДР=2,8 \cdot S_r \cdot \bar{X}_2,$$

где S_r — относительное среднее квадратическое отклонение;

$\bar{X}_2$ — среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, %.

4.2.2. Для анализа и приготовления растворов применяют реактивы квалификации не ниже ч.д.а. и дистиллированную воду по ГОСТ 6709—72.

4.2.3. Дистиллированную воду, не содержащую углекислоты, готовят по ГОСТ 4517—75.

4.2.4. Растворы индикаторов готовят по ГОСТ 4919.1—77.

4.2.5. Мерная посуда должна соответствовать ГОСТ 20292—74 и ГОСТ 1770—74.

4.2.6. Допускается применять типы приборов, не указанных в настоящем стандарте, если они по своим техническим параметрам обеспечивают требуемую точность анализа.

4.2.7. В выражениях «разбавленная 1:1; 1:2» и т. д. первые цифры означают объемные части концентрированной кислоты или какого-либо раствора, вторые — объемные части воды.

4.2.8. При фотометрических определениях строят градуировочные графики по растворам сравнения. Для каждой точки градуировочного графика вычисляют среднее арифметическое значение оптической плотности из трех параллельных определений.

4.2.9. Градуировочный график проверяют не реже одного раза в три месяца, а также в случае смены реактивов и приборов.

4.3. Приготовление раствора гидроокиси лития для анализа

4.3.1. Навеску пробы гидроокиси лития массой 25 г, взвешенную с погрешностью не более 0,01 г, помещают в мерную колбу вместимостью 500 см^3 и приливают 400 см^3 воды, не содержащей углекислоты. Колбу закрывают пробкой и оставляют стоять в течение 1—2 ч. Содержимое колбы периодически перемешивают. Раствор допускается перемешивать с помощью механических приспособлений. Объем раствора доводят водой, не содержащей углекислоты, до метки и перемешивают.

4.4. Определение массовой доли гидроокиси лития титриметрическим методом

4.4.1. *Сущность метода*

Гидроокись лития растворяют в воде и титруют соляной кислотой в присутствии индикатора метилового оранжевого.

Относительное среднее квадратическое отклонение — 0,003.

4.4.2. *Реактивы и растворы*

Вода дистиллированная, не содержащая углекислоты.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, 1 моль/дм³ раствор (поправочный коэффициент к концентрации устанавливают по трем параллельным определениям).

Метиловый оранжевый (индикатор) по ГОСТ 10816—64, 0,1%-ный раствор.

4.4.3. *Проведение анализа*

20 см³ раствора, приготовленного по п. 4.3, помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, разбавляют водой примерно 50 см³, прибавляют две капли раствора метилового оранжевого и титруют раствором соляной кислоты до перехода желтой окраски в розовую.

4.4.4. *Обработка результатов*

Массовую долю гидроокиси лития (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X=\frac{V\cdot 0,02394\cdot 500\cdot 100}{20\cdot m}-(X_2'+0,6X_2''+0,8X_1),$$

где V — объем точно 1 моль/дм³ раствора соляной кислоты, израсходованный на титрование, см³;

0,02394 — масса гидроокиси лития, соответствующая 1 см³ точно 1 моль/дм³ раствора соляной кислоты, г;

m — масса навески пробы для приготовления раствора по п. 4.3, г;

X_2' — массовая доля натрия в анализируемой пробе, определяемая по п. 4.6, %;

0,6 — коэффициент пересчета калия на гидроокись лития;

X_2'' — массовая доля калия в анализируемой пробе, определяемая по п. 4.6, %;

0,8 — коэффициент пересчета CO_3 на гидроокись лития;

X_1 — массовая доля карбонатов в анализируемой пробе, определяемая по п. 4.5, %.

При массовой доле примесей натрия или калия менее 0,05% поправки «X_2'» и «X_2''» при вычислении результатов не учитывают.

Если массовая доля гидроокиси лития составляет 56,7—56,9 и 53,0—53,2 %, то выполняют еще два определения и за результат анализа принимают среднее арифметическое результатов четырех параллельных определений. Допускаемое отклонение от среднего арифметического значения (ДО) при доверительной вероятности $P=0,99$ вычисляют по формуле

$$ДО=2,4\cdot S_r\cdot \overline{X}_4,$$

где S_r — относительное среднее квадратическое отклонение;

$\overline{X}_4$ — среднее арифметическое результатов четырех параллельных определений, %.

4.5. Определение массовой доли карбонатов титриметрическим методом

4.5.1. *Сущность метода*

Раствор гидроокиси лития нейтрализуют соляной кислотой по индикатору фенолфталеину, а затем титруют по смешанному индикатору.

Относительные средние квадратические отклонения в зависимости от массовой доли карбонатов приведены в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля CO_3, %	Относительное среднее квадратическое отклонение, S_r
0,4	0,08
0,6	0,05
0,8	0,03

4.5.2. *Реактивы и растворы*

Вода дистиллированная, не содержащая углекислоты.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, 2 и 0,1 моль/дм³ растворы.

Стандарт-титр соляной кислоты, 0,1 моль/дм³ раствор.

Метиловый красный (индикатор) по ГОСТ 5853—51, 0,2 %-ный спиртовой раствор.

Бромкрезоловый зеленый (индикатор). 0,1 %-ный спиртовой раствор.

Индикатор смешанный, готовят смешением растворов бромкрезолового зеленого и метилового красного.

Фенолфталеин (индикатор) по ГОСТ 5850—72, 1 %-ный спиртовой раствор.

4.5.3. *Проведение анализа*

50 см³ раствора, приготовленного по п. 4.3, помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, добавляют 2—3 капли раствора фенолфталеина и нейтрализуют при перемешивании 2 моль/дм³ раствором соляной кислоты до начала изменения ярко-розовой окраски раствора в слабо-розовую, а затем 0,1 моль/дм³ раствором — из микробюретки до обесцвечивания раствора. Объем кислоты, израсходованной на нейтрализацию по фенолфталеину, не учитывают, но нейтрализация должна быть точной. Добавляют 4 капли смешанного индикатора и титруют из микробюретки 0,1 моль/дм³ раствором соляной кислоты до изменения зеленой окраски раствора в розовую.

4.5.4. *Обработка результатов*

Массовую долю карбонатов в пересчете на CO_3 (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{2 \cdot V \cdot 0{,}003 \cdot 500 \cdot 100}{50 \cdot m},$$

где V — объем точно 0,1 моль/дм³ раствора соляной кислоты, израсходованный на титрование по смешанному индикатору, см³;

0,003 — масса карбонатов в пересчете на CO_3, соответствующая 1 см³ точно 0,1 моль/дм³ раствора соляной кислоты, г;

m — масса навески пробы для приготовления раствора по п. 4.3, г.

4.6. Определение массовой доли натрия, калия и кальция методом пламенной фотометрии

4.6.1. *Сущность метода*

Растворы гидроокиси лития распыляют в воздушно-ацетиленовое пламя и определяют концентрацию натрия, калия и кальция по интенсивности их аналитических линий на приборе с фотоэлектрической регистрацией излучения методом «трех эталонов».

Относительное среднее квадратическое отклонение при определении массовых долей натрия, калия и кальция приведено в табл. 3.

Таблица 3

Определяемый элемент	Массовая доля элементов, %	Относительное среднее квадратическое отклонение, S_r
Натрий	От $8{,}0 \cdot 10^{-4}$ до $8{,}0 \cdot 10^{-1}$	0,05
Калий	» $8{,}0 \cdot 10^{-4}$ » $8{,}0 \cdot 10^{-1}$	0,05
Кальций	» $8{,}0 \cdot 10^{-4}$ » $5{,}0 \cdot 10^{-3}$	0,15

4.6.2. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Спектрофотометр типа СФП-1 или спектрофотометр на основе спектрографа типа ИСП-51 или монохроматора типа УМ-2 с фотоэлектрической приставкой типа ФЭП-1 с использованием фотоумножителей типа ФЭУ-22, ФЭУ-51, ФЭУ-79, потенциометра типа КСПВ-4 и стабилизированного выпрямителя типа ПВ-2.

Ацетилен по ГОСТ 5457—75.

Геротоль для очистки ацетилена.

Стаканы кварцевые по ГОСТ 19908—80 при определении массовых долей примесей менее 0,01%.

Кислота соляная по ГОСТ 14261—77, ос. ч. или ГОСТ 3118—77, перегнанная в кварцевом аппарате.

Метиловый красный (индикатор) по ГОСТ 5853—51, 0,1%-ный спиртовой раствор.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77.

Калий хлористый по ГОСТ 4234—77.

Кальций углекислый по ГОСТ 4530—76.

Стронций азотнокислый по ГОСТ 5429—74.

Литий углекислый, ос.ч.

Раствор основы (2%-ный раствор лития), готовят следующим образом: 106,4 г углекислого лития взвешивают с погрешностью не более 0,1 г, помещают в стакан вместимостью 1 дм³, приливают 200—300 см³ воды, добавляют две-три капли индикатора и приливают соляную кислоту до кислой реакции.

Охлажденный до комнатной температуры раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доводят раствор водой до метки и перемешивают.

Исходный раствор I, содержащий натрий, калий и кальций по 1 г/дм³; готовят следующим образом: 2,5420 г хлористого натрия, 1,9070 г хлористого калия и 2,4970 г углекислого кальция взвешивают с погрешностью не более 0,0005 г, помещают в стакан вместимостью 100—200 см³, смачивают водой, добавляют две-три капли индикатора и осторожно приливают соляную кислоту до кислой реакции по индикатору. Затем раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

Исходный раствор II, содержащий натрий и калий по 1 г/дм³ и кальций 0,1 г/дм³; готовят следующим образом: 2,5420 г хлористого натрия, 1,9070 г хлористого калия и 0,2497 г углекислого кальция взвешивают с погрешностью не более 0,0005 г, помещают в стакан вместимостью 100—200 см³, смачивают водой, добавляют две — три капли индикатора и приливают соляную кислоту до кислой реакции. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

Раствор стронция, 1%-ный раствор; готовят следующим образом: 24,2 г азотнокислого стронция взвешивают с погрешностью не более 0,1 г, растворяют в воде, доводят объем раствора водой до 1 дм³ и перемешивают.

В растворах основы и стронция определяют массовую концентрацию натрия, калия и кальция методом добавок. Массовая концентрация каждой определяемой примеси в растворе не должна превышать в основе — 0,2 мг/дм³, в растворе стронция — 1мг/дм³.

Градуировочные растворы серии А (на основе 1%-ного раствора лития), содержащие натрий, калий и кальций по 0,5; 1,0; 2,0; 5,0; 10,0; 20,0; 50,0 мг/дм³; готовят следующим образом: в семь мерных колб вместимостью 1 дм³ помещают по 500 см³ раствора основы, 80 см³ раствора стронция и соответственно 0,5; 1,0; 2,0; 5,0; 10,0; 20,0 и 50,0 см³ исходного раствора 1, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

Градуировочные растворы серии Б (на основе 0,2%-ного раст-

вора лития), содержащие натрий и калий по 5; 10; 20; 50; 80 и 100 мг/дм³, и соответственно кальция 0,5;1,0; 2,0; 5,0; 8,0 и 10,0 мг/дм³; готовят следующим образом: в шесть колб вместимостью 1 дм³ помещают по 100 см³ раствора основы, по 20 см³ раствора стронция и соответственно 5; 10; 20; 50; 80 и 100 см³ исходного раствора II, доводят объемы растворов водой до метки и перемешивают.

4.6.3. *Проведение анализа*

При анализе гидроокиси лития марки ЛГО-1 навеску массой 1,600 г взвешивают с погрешностью не более 0,001 г, помещают в стакан вместимостью 100 см³, растворяют в небольшом количестве воды, добавляют 2 капли индикатора и приливают соляную кислоту до кислой реакции. Затем раствор пробы переносят в мерную колбу вместимостью 25 см³, охлаждают до комнатной температуры, добавляют 2 см³ раствора стронция, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

При анализе гидроокиси лития марки ЛГО-3 навеску массой 1,300 г взвешивают с погрешностью не более 0,001 г, помещают в стакан вместимостью 50 см³, растворяют в воде, добавляют 2 капли индикатора и приливают соляную кислоту до кислой реакции. Затем раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, охлаждают до комнатной температуры, приливают 2 см³ раствора стронция, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

После подготовки спектрофотометра к работе анализируемые и соответствующие градуировочные растворы распыляют в пламя и фотометрируют в порядке возрастания содержания примесей. Затем проводят фотометрирование в обратном порядке и вычисляют среднее арифметическое из двух измерений для каждого раствора.

Используют следующие аналитические линии (нм):

натрий — 589,0; 589,6;

калий — 766,5; 769,0;

кальций — 422,7.

По результатам фотометрирования градуировочных растворов строят градуировочные графики, откладывая на оси абсцисс массовую концентрацию определяемых элементов (мг/дм³), по оси ординат усредненные значения показаний прибора. Используя результаты фотометрирования анализируемых растворов, по градуировочным графикам определяют массовую концентрацию натрия, калия и кальция.

4.6.4. *Обработка результатов*

Массовую долю натрия (X_2'), калия (X_2'') или кальция (X_2''') в гидроокиси лития (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{C \cdot V'}{m} \cdot 10^{-4},$$

где C — массовая концентрация определяемого элемента в растворе гидроокиси лития, мг/дм^3;

V' — объем раствора пробы, см^3;

m — масса навески пробы, г.

4.7. Определение массовой доли магния, алюминия, железа, свинца, кремния и кальция спектральным методом

4.7.1. *Сущность метода*

Гидроокись лития переводят в углекислый литий, эмиссионный спектр возбуждают в дуге постоянного тока или в плазменной струе и регистрируют на спектрографе средней дисперсии или на квантометре, используя метод «трех эталонов».

Относительное среднее квадратическое отклонение составляет 0,25 для массовых долей определяемых элементов от 0.0005 до 0,01 % и 0,15 — для массовой доли 0,08%.

4.7.2. *Аппаратура, материалы, реактивы*

Спектрограф типа ИСП-28 или квантометр типа ДФС-36 с однолинзовой системой освещения щели.

Генератор дуги постоянного тока (220 В, 12 А), типа УГЭ-4.

Допускается использовать в качестве источника возбуждения спектров плазматрон.

Микрофотометр типа МФ-2.

Чашки платиновые по ГОСТ 6563—75, вместимостью не менее 100 см^3.

Электроды фасонные для спектрального анализа, типа I и IV.

Допускается применять электроды (черт. 1—2), изготовленные из углей марки ОСЧ-7—3.

Угли графитированные марки ОСЧ-7—3. Допускается применять электроды, изготовленные из углей марки С-3 для анализа гидроокиси лития марки ЛГО-3.

Инструмент (черт. 1—2) для уплотнения пробы в кратере нижнего электрода.

Фотопластинки типа I, диапозитивные или другие, обеспечивающие нормальные почернения аналитических линий.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Аммоний углекислый по ГОСТ 3770—75, насыщенный раствор или раствор углекислого аммония, приготовленный насыщением 25 %-ного водного раствора аммиака углекислым газом в полиэтиленовой посуде.

Аргон газообразный по ГОСТ 10157—79.

Литий углекислый, ос. ч.

Магния окись по ГОСТ 4526—75.

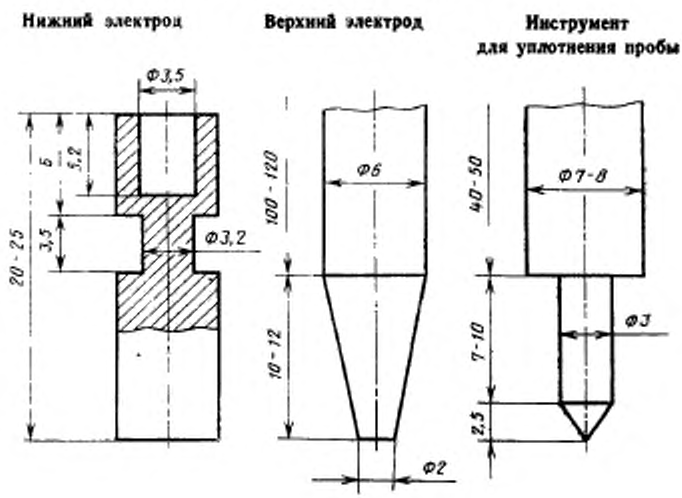
Алюминия окись.

Железа окись по ГОСТ 4173—77.

Кремния двуокись по ГОСТ 9428—73.

Свинца (II) окись по ГОСТ 9199—77.

Фотографический вариант



Черт 1

Кальций углекислый по ГОСТ 4530—76.

Исходная смесь. Содержит по 1% магния, алюминия, железа, кремния, свинца и кальция от суммы массовых долей лития и определяемых элементов; готовят следующим образом: в платиновую чашку помещают 5,0034 г углекислого лития, 0,0166 г окиси магния, 0,0190 г окиси алюминия, 0,0143 г окиси железа, 0,0214 г двуокиси кремния, 0,0108 г окиси свинца, 0,0250 г углекислого кальция, взвешенных с погрешностью не более 0,0005 г, и растирают вручную не менее 3 ч.

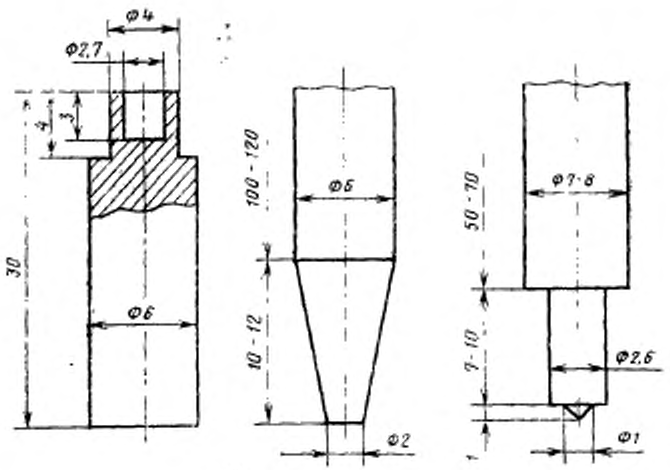
Допускается вводить в состав исходной смеси другие элементы (не более 1% каждого) без изменения массовых долей контролируемых примесей магния, алюминия, железа, кремния, свинца и кальция.

Градуировочные образцы. Содержат определяемые элементы в пределах от 0,003 до 0,5% к сумме массовых долей лития и примесей, готовят последовательным разбавлением исходной смеси или градуировочного образца углекислым литием (основой) по табл. 4.

Массовую долю контролируемых примесей в основе определяют методом добавок и учитывают при построении графиков.

Фотоэлектрический вариант

Нижний электрод **Верхний электрод** **Инструмент для уплотнения пробы**



Черт. 2

Таблица 4

Массовая доля определяемых элементов в градуировочных образцах, %		Количество частей смешиваемых компонентов по массе				
к гидроокиси лития	к сумме массовых долей лития и примесей	Литий углекислый (основа)	Исходная смесь	Градуировочные образцы с массовой долей примесей к сумме лития и примесей, %		
				0,3	0,1	0,03
0,083	0,5	5	5			
0,050	0,3	7	3			
0,017	0,1	9	1			
0,005	0,03	9		1		
0,0017	0,01	9			1	
0,0005	0,003	9				1

Растирают градуировочные образцы вручную не менее 2 ч в посуде из платины, органического стекла или циркония.

Приготовленные градуировочные образцы хранят в плотно закрывающихся полиэтиленовых банках.

Допускается растирание градуировочных образцов на вибромашине в течение 30—40 мин.

4.7.3. *Проведение анализа*

Гидроокись лития массой 1—5 г отбирают мерником, помещают в платиновую чашку, растворяют в 10—40 см³ воды, добавляют 10—40 см³ насыщенного раствора углекислого аммония, упаривают досуха и растирают.

Определение контролируемых примесей в углекислом литии проводят спектральным методом с фотографической или фотоэлектрической регистрацией излучения.

При анализе с фотографической регистрацией электроды, приготовленные из углей марки С-3, обжигают в дуге постоянного тока при силе тока 12 А в течение 15 с.

Пробы и градуировочные образцы помещают в кратеры трех нижних электродов (черт. 1), примерно по 10 мг в каждый, и уплотняют инструментом для уплотнения пробы (черт.1).

Эмиссионные спектры возбуждают при следующих параметрах:

сила тока дуги — 12 А;

межэлектродный промежуток — 2 мм;

время экспозиции — 1,5 мин;

рабочая область спектра 250—430 нм.

После экспонирования спектров фотопластинку проявляют, фиксируют, промывают и сушат.

Аналитические линии (табл. 5) и фон слева от них фотометрируют на микрофотометре.

По результатам фотометрирования строят градуировочные графики, откладывая по оси абсцисс $\lg C_1$, где C_1 — массовая доля определяемого элемента в гидроокиси лития (табл. 4) в процентах, по оси ординат $\Delta\overline{S}$ — среднее из измерений разности почернений аналитических линий и фона для трех спектров каждого градуировочного образца в делениях логарифмической шкалы микрофотометра.

При анализе с фотоэлектрической регистрацией углекислый литий и градуировочные образцы помещают в кратеры нижних электродов (черт. 2), примерно по 10 мг в каждый, и уплотняют инструментом для уплотнения проб (черт. 2).

Эмиссионные спектры возбуждают при следующих параметрах:

сила тока дуги — 16 А;

межэлектродный промежуток — 3 мм;

время экспозиции — 1 мин;

рабочая область спектра 250—430 нм;

ширина входной щели квантометра 15—25 мкм;

ширина выходных щелей указана в табл. 5.

С цифрового вольтметра квантометра снимают показания, пропорциональные соответствующим логарифмам отношений интенсивностей аналитической линии и фона.

По результатам фотоэлектрической регистрации излучения строят градуировочные графики, откладывая по оси абсцисс $\lg C_1$, где C_1 — массовая доля определяемого элемента в гидроокиси лития (табл. 4) в процентах, по оси ординат $\overline{\Delta n}$ — среднее из трех показаний цифрового вольтметра для каждого градуировочного образца.

Аналитические линии определяемых элементов приведены в табл. 5.

Таблица 5

Фотометрируемый элемент	Длина волны аналитической линии, нм		Ширина выходных щелей на квантометре, мкм
	Фотографическая регистрация	Фотоэлектрическая регистрация	
Магний	279,5	279,5	150
Алюминий	256,7	396,1	150
Железо	302,1	302,1	100
Кремний	288,2	288,2	150
Олинец	283 3	283,3	150
Кальций	396,8	422,7	100
Область измерения фона	Слева от линии	333,4	150

Допускается использование других аналитических линий и фона, обеспечивающих указанную воспроизводимость определений.

В случае применения двухструйного плазматрона в качестве источника возбуждения спектра полученный углекислый литий и градуировочные образцы вдувают аргоном в плазменную струю.

Возбуждают спектр при следующих параметрах:

сила тока — 80 А;

напряжение 130—150 В;

давление плазмообразующего газа: на катод подают аргон под давлением 98 кПа, на анод — около 49 кПа;

давление защитного газа (аргона) — 190—200 кПа.

На щель спектрального прибора фокусируется участок факела, отстоящего на 15—20 мм от места слияния струй.

Время экспозиции 20 с при фотографической регистрации, 30 с — при фотоэлектрической регистрации.

Массовые доли контролируемых элементов в гидроокиси лития в процентах определяют по градуировочным графикам, используя среднее арифметическое значение для проб $\Delta \overline{S}$ при фотографическом и $\overline{\Delta n}$ при фотоэлектрическом методах.

4.8. Определение массовой доли алюминия комплексонометрическим методом

4.8.1. *Сущность метода*

К подкисленному раствору пробы добавляют избыточное количество трилона Б, который образует малодиссоциированное комплексное соединение с алюминием. Избыток трилона Б титруют раствором цинка с индикатором ксиленоловым оранжевым. Относительное среднее квадратическое отклонение при массовой доле алюминия 0,01 % — 0,12; 0,03 % — 0,06; 0,05 % — 0,04.

4.8.2. *Реактивы и растворы*

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1:1, 0,001 М и 25%-ный растворы.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79, разбавленный 1:2.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117—78.

Кислота уксусная по ГОСТ 61—75, 80%-ный раствор.

Алюминий первичный по ГОСТ 11069—74, марки А-999, А-995 или А-99.

Раствор, содержащий 1 г алюминия в 1 дм^3, готовят следующим образом: 1,000 г первичного алюминия растворяют в 16,4 см^3 25 %-ного раствора соляной кислоты и доводят объем раствора водой до 1 дм^3. Разбавлением в десять раз 0,001 М раствором соляной кислоты готовят раствор, содержащий 0,1 г алюминия в 1 дм^3.

Соль динатриевая этилендиамин-N,N,N′,N′-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, 0,005 М раствор; готовят следующим образом: 1,8613 г препарата, взвешенного с погрешностью не более 0,0005 г, помещают в мерную колбу вместимостью 1 дм^3 и растворяют в воде, объем раствора доводят до метки водой.

Стандарт — титр этилендиамин -N,N,N′,N′- тетрауксусной кислоты динатриевой соли, 0,005 М раствор.

Цинк по ГОСТ 3640—79, марка ЦВ, ЦОА или ЦО.

Раствор цинка 0,005 М; готовят следующим образом: 0,3269 г цинка, взвешенного с погрешностью не более 0,0005 г, растворяют в 5 см^3 азотной кислоты и 50 см^3 воды. Раствор упаривают до 5—6 см^3, разбавляют водой, переносят количественно в мерную колбу вместимостью 1 дм^3 и доводят объем раствора до метки.

Ацетатный буферный раствор с pH 5,5—6,0; готовят по ГОСТ 4919.2- 77 или следующим образом: 500 г уксуснокислого аммония помещают в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, растворяют в воде, добавляют 20 см^3 уксусной кислоты и доводят объем раствора водой до метки.

Ксиленоловый оранжевый (индикатор), 0,2 %-ный раствор.

Фенолфталеин (индикатор) по ГОСТ 5850—72, 1%-ный раствор.

4.8.3. Установление соотношения между 0,005 М раствором трилона Б и 0,005 М раствором цинка: к 10—20 см^3 0,005 М раствора

трилона Б прибавляют 70—80 см³ воды, 5—10 см³ буферного раствора, 3—4 капли ксиленолового оранжевого, раствор перемешивают и титруют раствором цинка до перехода желтой окраски раствора в слабо-фиолетовую.

Соотношение (K) между 0,005 М раствором трилона Б и 0,005 М раствором цинка вычисляют по формуле

$$K=\frac{V_1}{V_2},$$

где V_1 — объем раствора трилона Б, взятый для установления соотношения, см³;

V_2 — объем раствора цинка 0,005 М, израсходованный на титрование, см³.

4.8.4. Установление титра раствора трилона Б по алюминию: 10—20 см³ раствора алюминия, содержащего 0,1 г алюминия в 1 дм³, помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают 1—2 см³ соляной кислоты (1:1), 10—20 см³ трилона Б, разбавляют водой до 60 см³, нагревают до кипения, охлаждают и нейтрализуют аммиаком в присутствии 1—2 капель фенолфталеина до появления розовой окраски, которую устраняют добавлением соляной кислоты, приливают 10 см³ буферного раствора, разбавляют водой до 120 см³, добавляют 3—4 капли раствора ксиленолового оранжевого и титруют избыток трилона Б раствором цинка до перехода желтой окраски раствора в слабо-фиолетовую.

Титр раствора трилона Б (T) в граммах вычисляют по формуле

$$T=\frac{V_3\cdot Q}{V_4-V_5\cdot K},$$

где V_3 — объем раствора алюминия, содержащий 0,1 г алюминия в 1 дм³, взятый для установления титра, см³;

Q — массовая концентрация алюминия в 1 см³ раствора, г/см³;

V_4 — объем раствора трилона Б, прилитый к раствору алюминия, см³;

V_5 — объем раствора цинка, израсходованный на титрование, см³;

K — соотношение между 0,005 М раствором трилона Б и 0,005 М раствором цинка.

4.8.5. *Проведение анализа*

20—40 см³ раствора, приготовленного по п. 4.3, или 1—2 г гидроокиси лития, взвешенной с погрешностью не более 0,01 г, помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают 50 см³ воды, 6—10 см³ соляной кислоты, 10—20 см³ раствора трилона Б, нагревают до кипения, охлаждают, нейтрализуют аммиаком в присутствии 1—2 капель фенолфталеина до появления слабо-розовой окраски, которую устраняют прибавлением соляной кислоты. При-

ливают 10 см³ буферного раствора, 4—5 капель ксиленолового оранжевого, разбавляют водой до 120 см³ и титруют избыток трилона Б раствором цинка до перехода желтой окраски раствора в слабо-фиолетовую.

4.8.6. *Обработка результатов*

Массовую долю алюминия (X_3) в процентах вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{(V_6 - V_7 \cdot K) \cdot T \cdot 100}{m},$$

где V_6 — объем раствора трилона Б, добавленный к аликвотной части анализируемого раствора, см³;

V_7 — объем раствора цинка, израсходованный на титрование избытка трилона Б, см³;

K — соотношение между 0,005 М раствором трилона Б и 0,005 М раствором цинка;

T — титр трилона Б по алюминию, г/см³;

m — масса навески пробы, г.

При разногласиях в оценке массовой доли алюминия определение проводят спектральным методом по п. 4.7.

4.9. Определение массовой доли хлоридов фототурбидиметрическим методом

4.9.1. *Сущность метода*

К анализируемому раствору добавляют раствор серебра и измеряют оптическую плотность. Относительное среднее квадратическое отклонение — 0,13.

4.9.2. *Приборы, реактивы и растворы*

Фотоэлектроколориметр типа ФЭК-56М.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, 25%-ный раствор.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, 0,1 моль/дм³ раствор.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77.

Фенолфталеин (индикатор) по ГОСТ 5850—72, 1%-ный раствор.

Раствор А, содержащий 1 мг хлор-ионов в 1 см³, готовят по ГОСТ 4212—76.

Раствор Б, содержащий 0,01 мг хлор-ионов в 1 см³, готовят разбавлением раствора А водой в сто раз. Разбавленный раствор применяют свежеприготовленным.

4.9.3. *Построение градуировочного графика*

В мерные колбы вместимостью 50 см³ помещают 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0 см³ раствора Б, добавляют по 10 см³ воды, 2 см³ азотной кислоты, 1 см³ раствора азотнокислого серебра, перемешивая растворы после добавления каждого реактива, доводят объем растворов водой до метки и ставят в темное место. Одновременно готовят контрольный раствор, содержащий все реакти-

вы, прибавляемые в таком же порядке, но не содержащий раствора Б.

Через 20 мин оптическую плотность растворов измеряют по отношению к контрольному раствору на фотоэлектроколориметре при длине волны 490 нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм. По результатам фотометрирования строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс массу хлор-ионов в миллиграммах, а по оси ординат — соответствующие значения оптических плотностей.

4.9.4. *Проведение анализа*

Аликвотную часть 1 или 2 см³ раствора, приготовленного по п. 4.3, помещают в мерную колбу вместимостью 50 см³, разбавляют водой до 15—20 см³ и нейтрализуют азотной кислотой в присутствии 1 капли раствора фенолфталеина до исчезновения розовой окраски.

К нейтральному раствору добавляют 2 см³ азотной кислоты, 1 см³ раствора азотнокислого серебра, перемешивая после добавления каждого реактива, доводят объем раствора водой до метки и ставят в темное место. Через 20 мин измеряют оптическую плотность раствора по отношению к контрольному раствору, как указано в п. 4.9.3.

Массу хлоридов устанавливают по градуировочному графику.

4.9.5. *Обработка результатов*

Массовую долю хлоридов в пересчете на Cl (X_4) в процентах вычисляют по формуле

$$X_4 = \frac{m_1 \cdot 500 \cdot 100}{m \cdot V'' \cdot 1000},$$

где m_1 — масса Cl, установленная по градуировочному графику, мг;

m — масса навески пробы, взятая для приготовления раствора по п. 4.3, г;

V'' — объем аликвотной части раствора, взятый для анализа, см³.

Допускается заканчивать анализ визуально-нефелометрически. Нефелометрирование проводят в колориметрических цилиндрах вместимостью 25 см³, при этом количество азотной кислоты и азотнокислого серебра, прибавляемых к нейтральному раствору, уменьшают в два раза.

4.10. Определение массовой доли сульфатов визуально-нефелометрическим методом

4.10.1. *Сущность метода*

К анализируемому раствору добавляют раствор бария и образовавшуюся опалесценцию сернокислого бария сравнивают с опалесценцией серии растворов сравнения. Относительное среднее квадратическое отклонение — 0,15.

4.10.2. *Реактивы и растворы*

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, х. ч. или по ГОСТ 14261—77, ос.ч., разбавленная 1:1; 0,5 и 10 %-ные растворы.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72, не содержащая углекислоты.

Фенолфталеин (индикатор) по ГОСТ 5850—72, 1 %-ный раствор.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163—76, 1%-ный раствор; готовят по ГОСТ 4517—75.

Барий хлористый по ГОСТ 4108—72, 20%-ный раствор; готовят по ГОСТ 4517—75

Натрий сернокислый безводный по ГОСТ 4166—76.

Раствор А, содержащий 1 мг сульфат-ионов в 1 $см^3$, готовят по ГОСТ 4212—76.

Раствор Б, содержащий 0,05 мг сульфат-ионов в 1 $см^3$, готовят разбавлением раствора А в двадцать раз и применяют свежеприготовленным.

4.10.3. *Проведение анализа*

Аликвотную часть 2—20 $см^3$ раствора, приготовленного по п. 4.3, помещают в стакан вместимостью 100 $см^3$, нейтрализуют соляной кислотой, разбавленной 1:1, в присутствии фенолфталеина до исчезновения розовой окраски. Прибавляют 1 $см^3$ 10%-ного раствора соляной кислоты, кипятят 5 мин, отфильтровывают через обеззоленный фильтр (белая лента) в колориметрический цилиндр вместимостью 50 $см^3$. Стакан и фильтр промывают два—три раза небольшими порциями 0,5 %-ного раствора соляной кислоты, добавляют воду до объема 30 $см^3$, 3 $см^3$ раствора крахмала и 3 $см^3$ раствора хлористого бария, перемешивая после прибавления каждого реактива. Через 30 мин опалесценцию раствора сравнивают на темном фоне с опалесценцией серии растворов сравнения, приготовленных одновременно и содержащих в таком же объеме 0,05; 0,075; 0,10; 0,15; 0,20; 0,25 мг сульфат-ионов.

Растворы сравнения готовят следующим образом: в колориметрические цилиндры вместимостью 50 $см^3$ вводят 1,0; 1,5; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 $см^3$ раствора Б, разбавляют водой до 30 $см^3$, добавляют 1 $см^3$ 10 %-ного раствора соляной кислоты, 3 $см^3$ раствора крахмала и 3 $см^3$ раствора хлористого бария, перемешивая после добавления каждого реактива.

4.10.4. *Обработка результатов*

Массовую долю сульфатов в пересчете на SO_4 (X_5) в процентах вычисляют по формуле

$$X_5 = \frac{m_2 \cdot 500 \cdot 100}{m \cdot V^{10} \cdot 1000},$$

где m_2 — масса SO_4 в растворе сравнения, которому соответствует опалесценция раствора, мг;

m — масса навески пробы для приготовления раствора по п. 4.3, г;

V^{10} — объем аликвотной части раствора, взятый для анализа, см³.

5. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

5.1. Гидроокись лития упаковывают в мешки из полиэтиленовой пленки по ГОСТ 10354—82 толщиной не менее 0,15 мм, которые предварительно вкладывают в стальные барабаны типа I или II, исполнения $Б_1$, или $В_1$ или $В_2$ вместимостью 100 дм³ по ГОСТ 5044—79 или, по согласованию изготовителя с потребителем, другую стальную тару, изготовленную в соответствии с ГОСТ 21140—75 с предварительной упаковкой в мешки из полиэтиленовой пленки по ГОСТ 10354—82 толщиной не менее 0,15 мм или без них.

Полиэтиленовый мешок с продуктом заваривают.

Допускается по согласованию изготовителя с потребителем полиэтиленовый мешок с гидроокисью лития марки ЛГО-3 — завязывать киперной лентой по ГОСТ 4514—78.

Упакованную гидроокись лития в тару вместимостью 100 дм³ и менее формируют в транспортные пакеты в соответствии с ГОСТ 21929—79 на деревянные поддоны модуля 1240×840 по ГОСТ 24597—81.

5.2. Транспортная маркировка — по ГОСТ 14192—77 с нанесением следующих дополнительных данных, характеризующих продукт:

наименование продукта;
марка продукта;
номер партии;
количество мест в партии;
номер места;
масса брутто;
масса нетто;
дата изготовления продукта;
штамп или номер отдела технического контроля;
обозначение настоящего стандарта.

Ярлык должен быть защищен полиэтиленовым покрытием или помещен в полиэтиленовый пакет. Допускается наносить маркировку на каждое место транспортной тары водостойкой краской.

На каждое грузовое место продукта, предназначенного на длительное хранение, маркировка должна наноситься водостойкой краской.

5.3. На каждое грузовое место должны быть нанесены манипуляционные знаки по ГОСТ 14192—77 «Боится сырости», «Верх, не кантовать», а также знак опасности класса 8 по ГОСТ

19433—81 «Едкое вещество». «Гидроокись лития шифр группы 8212».

5.4. Гидроокись лития транспортируют любыми видами транспорта, кроме воздушного, в крытых транспортных средствах в соответствии с правилами перевозок опасных грузов, действующими на данном виде транспорта.

5.5. Гидроокись лития должна храниться в складах с естественной вентиляцией в условиях, исключающих конденсацию влаги на поверхности тары.

6. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

6.1. Изготовитель гарантирует соответствие гидроокиси лития требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

Гарантийный срок хранения гидроокиси лития — 10 лет со дня изготовления.

Редактор *А. С. Пшеничная*
Технический редактор *Н. В. Келейникова*
Корректор *А. В. Прокофьева*

Сдано в наб. 18.01.84 Подп. в печ. 09.04.84 1,5 усл. п. л. 1,5 усл. кр.-отт. 1,49 уч.-изд. л. Тираж 12000 Цена 5 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123840, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3.
Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256. Зак. 193

Изменение № 1 ГОСТ 8595—83 Лития гидроокись техническая. Технические условия

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 30.03.89 № 907

Дата введения 01.10.89

Вводная часть. Второй абзац исключить;

последний абзац. Заменить дату: 1973 на 1985.

Пункт 1.2. Таблица. Головка. Исключить слова: «высшей категории качества», «первой категории качества».

Пункт 2.8. Заменить ссылки: ГОСТ 12.4.103—80 на ГОСТ 12.4.103—83, ГОСТ 12.4.003—80 на ГОСТ 12.4.013—85.

Пункт 3.1. Второй абзац после слов «предприятия-изготовителя н» дополнить словом: (или).

Пункт 3.2 после слов «отбирать точечную пробу» дополнить словами: «не более чем».

Пункт 4.1.2. Заменить слова: «до 300—400 г» на «до массы не менее 300 г».

Пункт 4.2.3. Заменить ссылку: ГОСТ 4517—75 на ГОСТ 4517- 87.

Раздел 4 дополнить пунктом — 4.2.5а: «4.2.5а. Навески взвешивают на лабораторных весах по ГОСТ 24104—88 не ниже 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г».

Пункт 4.2.6 изложить в новой редакции: «4.2.6. Допускается применение другой аппаратуры по классу точности и реактивов по качеству не ниже указанных».

Раздел 4 дополнить пунктами — 4.2.10, 4.2.10.1, 4.2.10.2:

«4.2.10. Контроль точности результатов анализа проводят не реже одного раза в месяц, а также в случае замены реактивов, аппаратуры и материалов методом добавок или варьированием массы навески.

4.2.10.1. Контроль точности результатов анализа методом добавок состоит в сравнении расчетной и определяемой по методике массовых долей компонента в добавке, введенной в навеску или раствор анализируемой пробы с минимальной массовой долей определяемого компонента.

При анализе пробы с добавкой должны выполняться условия, предусмотренные методикой.

Величину добавка выбирают таким образом, чтобы аналитический сигнал увеличился в 1,5—2 раза по сравнению с аналитическим сигналом этого компонента до введения добавки.

Массовую долю добавки вычисляют как разность массовой доли определяемого компонента в пробе с добавкой и массовой доли определяемого компонента в пробе без добавки.

Результаты анализа считают точными при доверительной вероятности $P=0,95$, если разность массовых долей добавки, определенной при анализе и расчетной не превышает величину $d_д$:

$$d_д = 1,4 \cdot S_r \cdot \sqrt{\overline{X}_д^2 + \overline{X}^2},$$

где $\overline{X}_д$ — массовая доля определяемого компонента в пробе с добавкой, вычисленная по результатам двух параллельных определений, %;

$\overline{X}$ — массовая доля определяемого компонента в пробе без добавки, вычисленная по результатам двух параллельных определений, %.

4.2.10.2. Контроль точности результатов анализа методом варьирования массы навески состоит в сравнении результатов анализа пробы из разных навесок, масса которых примерно больше или меньше в два раза.

Результаты анализа считают точными при доверительной вероятности $P=0,95$, если разность результатов анализа двух навесок не превышает величину $d_к$:

(Продолжение см. с. 232)

$$d_к = 1{,}4 \cdot S_r \cdot \sqrt{\overline{X}_1^2 + \overline{X}_2^2} ,$$

где $\overline{X}_1$, $\overline{X}_2$ — результаты анализов, вычисленные по результатам двух параллельных определений, %,

или

$$d_к = S_r \cdot \sqrt{\overline{X}_1^2 + \overline{X}_2^2} ,$$

где $\overline{X}_1$, $\overline{X}_2$ — результаты анализов, вычисленные по результатам четырех параллельных определений».

Пункт 4.4.2. Второй, третий абзацы изложить в новой редакции: «Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, 1 моль/дм³ раствор; готовят по ГОСТ 25794.1—83. Для установления поправки раствора соляной кислоты допускается использовать государственный стандартный образец состава технической кальцинированной соды ГСО 2404—82.

Метиловый оранжевый (индикатор), раствор с массовой долей 0,1 %».

Пункт 4.4.4. Первый абзац изложить в новой редакции: «Массовую долю гидроокиси лития (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot 0{,}02394 \cdot 500 \cdot 100 \cdot K}{20 \cdot m} - (X_2' + 0{,}6X_2^* + 0{,}8X_1),$$

где V — объем раствора соляной кислоты концентрации 1 моль/дм³, израсходованный на титрование, см³;

0,02394 — масса гидроокиси лития, соответствующая 1 см³ раствора соляной кислоты концентрации точно 1 моль/дм³, г;

m — масса навески пробы для приготовления раствора по п. 4.3, г;

K — коэффициент поправки раствора соляной кислоты;

X_2' — массовая доля натрия, определяемая по п. 4.6, %;

0,6 — коэффициент пересчета калия на гидроокись лития;

X_2^* — массовая доля калия, определяемая по п. 4.6, %;

0,8 — коэффициент пересчета CO_3 на гидроокись лития;

X_1 — массовая доля карбонатов, определяемая по п. 4.5, %».

Раздел 4 дополнить пунктом — 4.4.5:

«4.4.5. *Контроль точности анализа*

Контроль точности анализа проводят варьированием массы навески в соответствии с п. 4.2.10.2, при этом для установления поправки раствора соляной кислоты концентрации 1 моль/дм³ применяют ГСО 2404—82».

Пункт 4.5.2. Четвертый абзац изложить в новой редакции: «Метиловый красный (индикатор), спиртовой раствор с массовой долей 0,2 %»;

пятый абзац. Заменить слова: «0,1 %-ный спиртовой раствор» на «спиртовой раствор с массовой долей 0,1 %»;

седьмой абзац изложить в новой редакции: «Фенолфталеин (индикатор), спиртовой раствор с массовой долей 1 %».

Раздел 4 дополнить пунктом — 4.5.5:

«4.5.5. *Контроль точности анализа*

Контроль точности анализа проводят варьированием массы навески в соответствии с п. 4.2.10.2».

Пункт 4.6.2. Первый абзац изложить в новой редакции: «Спектрофотометр пламенный типа С-115 или другого типа с такими же или лучшими метрологическими характеристиками»;

шестой абзац изложить в новой редакции: «Метиловый красный (индикатор), спиртовой раствор с массовой долей 0,1 %»;

двенадцатый абзац. Заменить слова: «(2%-ный раствор лития)» на «(раствор лития с массовой долей 2 %)»;

шестнадцатый абзац. Заменить слова: «1%-ный раствор» на «с массовой долей 1 %»;

(Продолжение см. с. 233)

восемнадцатый абзац. Заменить слова: «(на основе 1%-ного раствора лития)» на «(на основе раствора лития с массовой долей 1 %)»;

девятнадцатый абзац. Заменить слова: «(на основе 0,2%-ного раствора лития)» на «(на основе раствора лития с массовой долей 0,2 %)»;

пункт дополнить абзацем: «Допускается приготовление растворов для градуировки проводить по ГОСТ 8775.2—87».

Раздел 4 дополнить пунктами — 4.6.5; 4.7.4, 4.8.7, 4.9.6, 4.10.5:

«4.6.5. *Контроль точности анализа*

Контроль точности анализа проводят методом добавок в соответствии с п. 4.2.10.1, используя в качестве добавок аликвотные части градуировочных растворов натрия, калия и кальция, приготовленных по п. 4.6.2. Градуировочный раствор определяемого элемента добавляют к навеске пробы до ее растворения.

4.7.4. *Контроль точности анализа*

Контроль точности анализа проводят методом добавок в соответствии с п. 4.2.10.1, используя в качестве добавок градуировочные образцы определяемых элементов или навески этих элементов в виде окислов. Добавку определяемого элемента добавляют к навеске пробы до ее растворения.

4.8.7. *Контроль точности анализа*

Контроль точности анализа проводят методом добавок в соответствии с п. 4.2.10.1, при этом в качестве добавки используют раствор ионов алюминия, приготовленный по ГОСТ 4329—77 и разбавленный до концентрации 0,2 мг/см³. Добавку вводят в навеску пробы до начала растворения пробы.

4.9.6. *Контроль точности анализа*

Контроль точности анализа проводят методом добавок в соответствии с п. 4.2.10.1, при этом в качестве добавки используют раствор хлористого натрия с массовой концентрацией 0,01 мг/см³ хлорид-ионов. Добавку вводят в аликвотную часть анализируемого раствора.

4.10.5. *Контроль точности анализа*

Контроль точности анализа проводят методом добавок в соответствии с п. 4.2.10.1, при этом в качестве добавки используют раствор сернокислого натрия с массовой концентрацией 0,05 мг/см³ сульфат-ионов. Добавку вводят в аликвотную часть анализируемого раствора».

Пункт 4.7.2. Двенадцатый абзац. Заменить слова: «25%-ного водного раствора аммиака» на «водного раствора аммиака с массовой долей 25 %»;

девятнадцатый абзац. Исключить ссылку: «по ГОСТ 9199—77».

Пункт 4.8.2. Первый абзац. Заменить слова: «0,001 М и 25%-ный растворы» на «0,001 моль/дм³ раствор и раствор с массовой долей 25 %»;

пятый абзац. Заменить слова: «80%-ный раствор» на «раствор с массовой долей 80 %»;

седьмой абзац. Заменить значение: 0,001 М на 0,001 моль/дм³;

восьмой, девятый, одиннадцатый абзацы. Заменить значение: 0,005 М на 0,005 моль/дм³;

тринадцатый абзац. Заменить слова: «0,2%-ный раствор» на «раствор с массовой долей 0,2 %»;

четырнадцатый абзац изложить в новой редакции: «Фенолфталеин (индикатор), раствор с массовой долей 1 %».

Пункт 4.8.3. Первый, второй абзацы. Исключить значение: 0,005 М (5 раз);

формула. Экспликация. Первый абзац после слов «трилона Б» дополнить словами: «концентрации 0,005 моль/дм³»,

второй абзац. Заменить значение: 0,005 М на «концентрации 0,005 моль/дм³».

Пункт 4.8.4. Второй абзац. Заменить слова: «в граммах» на «в граммах на кубический сантиметр»;

формула. Экспликация. Третий абзац после слов «трилона Б» дополнить словами «концентрации 0,005 моль/дм³»;

четвертый абзац после слова «цинка» дополнить словами: «концентрации 0,005 моль/дм³»;

пятый абзац. Исключить значение: 0,005 М (2 раза).

(Продолжение см. с. 234)

Пункт 4.8.6. Формула. Экспликация. Первый абзац после слов «трилона Б» дополнить словами: «концентрация 0,005 моль/дм³»;

второй абзац после слова «цинка» дополнить словами: «концентрации 0,005 моль/дм³»;

третий абзац. Исключить значение: 0,005 М (2 раза);

четвертый абзац после слова «титр» дополнить словом: «раствора».

Пункт 4.9.2. Наименование изложить в новой редакции: «4.9.2. *Аппаратура, реактивы и растворы*»;

второй абзац. Заменить слова: «25%-ный раствор» на «раствор с массовой долей 25 %»;

пятый абзац изложить в новой редакции: «Фенофталеин (индикатор), раствор с массовой долей 1 %».

Пункт 4.9.5. Формула. Экспликация. Первый абзац. Заменить обозначение: Cl на «хлор-ионов».

Пункт 4.10.2. Первый абзац. Заменить слова: «0,5-и 10%-ные растворы» на «растворы с массовой долей 0,5 и 10 %»;

третий абзац изложить в новой редакции: «Фенолфталеин (индикатор), раствор с массовой долей 1 %»;

четвертый абзац. Заменить слова: «1%-ный раствор» на «раствор с массовой долей 1 %»;

пятый абзац. Заменить слова: «20%-ный раствор» на «раствор с массовой долей 20 %»;

шестой абзац. Исключить слово: «безводный».

Пункт 4.10.4. Формула. Экспликация. Первый абзац. Заменить обозначение: SO_4 на «сульфат-ионов».

Пункт 5.1 изложить в новой редакции: «5.1. Гидроокись лития упаковывают в мешки из полиэтиленовой пленки по ГОСТ 10354—82 толщиной не менее 0,15 мм, которые предварительно вкладывают в стальные барабаны по ГОСТ 5044—79 тип 1 или II исполнения $Б_1$ или $В_1$, или $В_2$ вместимостью 100 дм³.

Допускается по согласованию изготовителя с потребителем упаковывать гидроокись лития в другую стальную тару, имеющую прочностные характеристики не ниже предусмотренных ГОСТ 5044—79 и размеры, соответствующие ГОСТ 21140—88, с предварительным упаковыванием в мешки из полиэтиленовой пленки по ГОСТ 10354—82 толщиной 0,15 мм или без них.

Полиэтиленовый мешок с продуктом заваривают.

Допускается по согласованию изготовителя с потребителем полиэтиленовый мешок с гидроокисью лития марки ЛГО-3 завязывать капроновой лентой по ГОСТ 4514—78.

Тару с гидроокисью лития вместимостью 100 дм³ и менее формируют в транспортные пакеты на деревянных поддонах модуля 1240×840 по ГОСТ 24597—81.

Транспортные пакеты — по ГОСТ 21929—76, крепление в пакетах — по ГОСТ 21650—76, формирование пакетов на плоских поддонах — по ГОСТ 26663—85.

Допускается по согласованию с потребителем барабаны с гидроокисью лития вместимостью 100 дм³ в транспортные пакеты не формировать»

Пункт 5.2. Седьмой, восьмой абзацы исключить.

(ИУС № 7 1989 г.)

gost.e-ecolog.ru