

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

РУДЫ ЖЕЛЕЗНЫЕ, КОНЦЕНТРАТЫ, АГЛОМЕРАТЫ И ОКАТЫШИ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКИСИ БАРИЯ

ГОСТ 19187—83
(СТ СЭВ 2855—81)

Издание официальное

Цена 5 коп.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

РАЗРАБОТАН Министерством черной металлургии СССР

ИСПОЛНИТЕЛИ

Ю. Л. Плинер, С. И. Лаппо, Л. В. Камаева, Н. А. Зобнина

ВНЕСЕН Министерством черной металлургии СССР

Член Коллегии В. Г. Антипин

УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 15 декабря 1983 г. № 5971

УДК 622.341.1:546.431-31.06:006.354 Группа А39

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

РУДЫ ЖЕЛЕЗНЫЕ, КОНЦЕНТРАТЫ, АГЛОМЕРАТЫ И ОКАТЫШИ

Методы определения окиси бария

Iron ores concentrates, agglomerates and pellets. Methods for determination of barium oxide

ГОСТ 19187—83

(СТ СЭВ 2855—81)

Взамен ГОСТ 19187—73

ОКСТУ 0721

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 15 декабря 1983 г. № 5971 срок действия установлен
с 01.01.85
до 01.01.95
В части разд. 2
до 01.01.87

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на железные руды, концентраты, агломераты и окатыши и устанавливает методы определения окиси бария: гравиметрические — при массовой доле от 0,1 до 5% и пламенно-фотометрический — при массовой доле от 0,06 до 3%.

При возникновении разногласий в оценке качества железных руд, концентратов, агломератов и окатышей по определению окиси бария определение производят гравиметрическим хроматным методом.

Стандарт соответствует СТ СЭВ 2855—81 в части гравиметрического хроматного и пламенно-фотометрического методов.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 23581.0—80.

При отсутствии стандартных образцов контроль правильности результатов анализа допускается проводить другим способом (например, методом добавок).

2. ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ СУЛЬФАТНЫЙ МЕТОД

Метод основан на выделении бария из слабокислого раствора (pH ~ 1,6) в виде сульфата, прокаливании и взвешивании осадка.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1984

Разложение руды, концентрата, агломерата или окатышей проводят спеканием с углекислым натрием или растворением в соляной кислоте с доплавлением нерастворимого остатка с углекислым натрием.

2.1. **Аппаратура, реактивы и растворы**

Печь муфельная с терморегулятором, обеспечивающая температуру нагрева не менее 1000°С.

Тигли платиновые по ГОСТ 6563—75.

Натрий углекислый по ГОСТ 83—79.

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172—76.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и разбавленная 1 : 1, 1 : 2, 1 : 200.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1 : 1, 1 : 2, 1 : 1000.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77.

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

Натрий сернокислый безводный по ГОСТ 4166—76, раствор 50 г/дм³.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117—78, раствор 300 г/дм³.

Метиловый оранжевый (пара-диметиламиноазобензолсульфокислый натрий) по ГОСТ 10816—64, индикатор, раствор 1 г/дм³.

Бумага универсальная индикаторная.

Бумага индикаторная «Рифан» с интервалом pH 0,3—3,2.

2.2. **Проведение анализа**

2.2.1. Навеску руды, концентрата, агломерата или окатышей массой 2 г при массовой доле окиси бария до 0,3% или 1 г при массовой доле окиси бария более 0,3% помещают в платиновый тигель, прибавляют соответственно 3 или 1,5 г углекислого натрия, перемешивают, закрывают крышкой и спекают в муфельной печи при 900—950°С в течение 30 мин.

Спек охлаждают и вместе с тиглем и крышкой помещают в стакан вместимостью 600 см³, приливают 100 см³ соляной кислоты, разбавленной 1 : 2, закрывают стакан часовым стеклом и нагревают содержимое до полного разложения спекшейся массы.

Тигель с крышкой вынимают из стакана и обмывают водой. К раствору приливают 2,5 см³ серной кислоты, разбавленной 1 : 1, или 10 см³ раствора сернокислого натрия и раствор осторожно, не допуская разбрызгивания, выпаривают досуха. Сухой остаток охлаждают, приливают 10 см³ соляной кислоты и снова выпаривают досуха. Обработку соляной кислотой повторяют дважды. Сухой остаток тщательно увлажняют соляной кислотой (~5 см³) и выдерживают на теплой плите в течение 10 мин. Приливают 150—200 см³ горячей воды и кипятят до растворения растворимых солей. Раствор охлаждают, нейтрализуют аммиаком, разбавленным

1 : 1, до появления осадка гидроокисей железа (pH ~ 2). Затем осторожно, по каплям, приливают соляную кислоту, разбавленную 1 : 1, до растворения выпавшего осадка и 0,5—1 $см^3$ на каждые 100 $см^3$ раствора в избыток (раствор не более чем 1%-ный по соляной кислоте). Значение pH раствора при этом ~ 1,6. Контролируют pH по универсальной индикаторной бумаге или бумаге «Рифан».

Раствор энергично перемешивают стеклянной палочкой и оставляют на 12 ч, после чего фильтруют через плотный фильтр, уплотненный фильтробумажной массой. Осадок количественно переносят на фильтр и промывают 2—3 раза соляной кислотой, разбавленной 1 : 200, и 3—4 раза теплой водой.

Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, высушивают, озоляют и прокаливают при 600—700°С. Остаток в тигле смачивают водой, приливают 3—4 капли серной кислоты, разбавленной 1 : 1, 5—7 $см^3$ фтористоводородной кислоты и раствор выпаривают досуха. К остатку снова приливают 5—7 $см^3$ фтористоводородной кислоты и снова выпаривают досуха.

К остатку в тигле прибавляют 2—3 г пиросернокислого калия и сплавляют при 650—700°С.

Плав охлаждают и вместе с тиглем помещают в стакан вместимостью 400 $см^3$, приливают 150 $см^3$ воды и выщелачивают при нагревании. Тигель вынимают из стакана, обмывают водой, а раствор с осадком оставляют на 12 ч. Осадок отфильтровывают на двойной плотный фильтр, уплотненный фильтробумажной массой, и промывают 5—7 раз серной кислотой, разбавленной 1 : 1000, и 2—3 раза теплой водой.

Если материал содержит свинец, осадок на фильтре после промывания серной кислотой дополнительно промывают 6—8 раз горячим раствором уксуснокислого аммония, а затем 3—4 раза горячей водой.

Фильтр с осадком помещают в предварительно прокаленный и взвешенный платиновый или фарфоровый тигель, высушивают, озоляют и прокаливают при (800 ± 15)°С в течение 20—25 мин до постоянной массы. Затем тигель с осадком охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

2.2.2. При кислотном способе разложения навеску руды, концентрата, агломерата или окатышей массой 2 г при массовой доле окиси бария до 0,3% или 1 г при массовой доле окиси бария более 0,3% помещают в стакан вместимостью 400 $см^3$, прибавляют 20—40 $см^3$ соляной кислоты, 2,5 $см^3$ серной кислоты, разбавленной 1 : 1, и, периодически перемешивая, растворяют при слабом кипячении до полного растворения навески. Затем прибавляют азотную кислоту по каплям до прекращения вспенивания, кипятят раствор

и выпаривают досуха. К остатку прибавляют 10 см³ соляной кислоты и снова выпаривают досуха. Обработку соляной кислотой повторяют дважды. Сухой остаток тщательно увлажняют соляной кислотой (~5 см³) и выдерживают на теплой плите в течение 10 мин.

Если материал содержит свинец при растворении сухого остатка, прибавляют 1—2 г хлористого натрия. Затем приливают 150—200 см³ горячей воды и кипятят до растворения растворимых солей.

Раствор охлаждают, нейтрализуют аммиаком, разбавленным 1:1, до появления осадка гидроокисей железа (pH~2), затем осторожно, по каплям, приливают соляную кислоту, разбавленную 1:1, до растворения выпавшего осадка и 0,5—1 см³ на каждые 100 см³ раствора в избыток (раствор не более чем 1%-ный по соляной кислоте). Значение pH раствора при этом ~1,6. Контролируют pH по универсальной индикаторной бумаге или бумаге «Рифан».

Раствор энергично перемешивают стеклянной палочкой и оставляют на 12 ч. Затем фильтруют через плотный фильтр, уплотненный фильтробумажной массой. Осадок количественно переносят на фильтр, промывают 2—3 раза соляной кислотой, разбавленной 1:200, и 3—4 раза теплой водой.

Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, высушивают, озоляют и прокаливают при 600—700°С. Остаток в тигле смачивают водой, приливают 3—4 капли серной кислоты, разбавленной 1:1, 5—7 см³ фтористоводородной кислоты и раствор выпаривают досуха. К остатку снова приливают 5—7 см³ фтористоводородной кислоты и снова выпаривают досуха.

К остатку в тигле прибавляют 3 г углекислого натрия и сплавляют при 950—1000°С. Плав выщелачивают в 100 см³ горячей воды, дают осадку скоагулироваться и отфильтровывают его на плотный фильтр. Фильтр с осадком и стакан промывают 5—6 раз раствором углекислого натрия. Фильтрат отбрасывают.

Осадок на фильтре осторожно, под стеклом, растворяют 20 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:3, собирая раствор в стакан вместимостью 400 см³. Тигель обмывают этой же соляной кислотой и присоединяют к фильтрату через воронку. Фильтр промывают 4—5 раз горячей водой и отбрасывают. Раствор кипятят и выпаривают досуха. Прибавляют 1—1,5 см³ соляной кислоты и 100—150 см³ горячей воды (раствор не более чем 1%-ный по соляной кислоте, pH~1,6). Раствор нагревают до кипения и быстро, в один прием, прибавляют 5 см³ серной кислоты, разбавленной 1:2. Раствор выдерживают на теплой плите и оставляют на 12 ч.

Осадок отфильтровывают на двойной плотный фильтр, уплотненный фильтробумажной массой, и промывают 5—7 раз серной кислотой, разбавленной 1:1000, и 2—3 раза теплой водой.

Фильтр с осадком помещают в предварительно прокаленный и взвешенный платиновый или фарфоровый тигель, высушивают, озоляют и прокаливают при 800—950°С в течение 20—25 мин до постоянной массы. Затем тигель с осадком охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

2.2.3. Для внесения поправки на содержание окиси бария в реактивах через все стадии анализа проводят контрольный опыт.

Для этого навеску углекислого натрия массой 1,5—3 г помещают в стакан вместимостью 600 см³, приливают 100 см³ соляной кислоты, разбавленной 1 : 2, и далее продолжают, как указано в п. 2.2.1.

При кислотном разложении в стакан вместимостью 400 см³ приливают 20—40 см³ соляной кислоты и далее ведут анализ, как указано в п. 2.2.2.

Нейтрализацию раствора контрольного опыта аммиаком, разбавленным 1 : 1, проводят в присутствии индикатора метилового оранжевого до начала окрашивания раствора в желтый цвет, затем приливают соляную кислоту, разбавленную 1 : 1, до изменения окраски и в избыток 0,5—1 см³ на каждые 100 см³ раствора.

2.3. **Обработка результатов**

2.3.1. Массовую долю окиси бария (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 0{,}657 \cdot K \cdot 100}{m},$$

где m_1 — масса осадка сульфата бария в анализируемой пробе, г;

m_2 — масса осадка сульфата бария в контрольном опыте, г;

m — масса навески руды, концентрата, агломерата или окатышей, г;

0,657 — коэффициент пересчета сульфата бария на окись бария;

K — коэффициент пересчета массовой доли окиси бария на массовую долю ее в сухом материале, вычисляемый по формуле

$$X = \frac{100}{100 - W_г},$$

где $W_г$ — массовая доля гигроскопической влаги, определяемая по ГОСТ 23581.1—79, %.

2.3.2. Расхождение между результатами двух определений при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должно превышать величины, указанной в таблице.

Массовая доля окиси бария, %	Допускаемое расхождение, %
От 0,06 до 0,15 включ.	0,02
Св. 0,15 » 0,30 »	0,04
» 0,30 » 0,60 »	0,06
» 0,60 » 1,00 »	0,09
» 1,00 » 2,50 »	0,12
» 2,50 » 3,00 »	0,16
» 3,00 » 5,00 »	0,20

3. ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ ХРОМАТНЫЙ МЕТОД

Метод основан на выделении бария из раствора с pH 6,5—7 в виде хромата, прокаливании и взвешивании осадка.

Разложение руды, концентрата, агломерата и окатышей проводят сплавлением с калием-натрием углекислым.

3.1. **Аппаратура, реактивы и растворы**

Печь муфельная с терморегулятором, обеспечивающая температуру нагрева не менее 1000°С.

Тигли платиновые по ГОСТ 6563—75.

Калий-натрий углекислый по ГОСТ 4332—76.

Натрий углекислый по ГОСТ 83—79 и раствор 10 г/дм³.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и разбавленная 1 : 1, 1 : 3 и 1 : 20.

Кислота серная по ГОСТ 4204- 77, разбавленная 1 : 1.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

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

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117—78, растворы 300 г/дм³ и 6 г/дм³.

Аммоний двухромовокислый по ГОСТ 3763—76, раствор 100 г/дм³, не содержащий сульфат-ионов.

Метиловый оранжевый (пара-диметиламинобензолсульфокислый натрий) по ГОСТ 10816—64, раствор 1 г/дм³.

Бумага универсальная индикаторная.

Бумага индикаторная «Рифан» с интервалом pH 0,3—2,2.

3.2. **Проведение анализа**

3.2.1. Навеску руды, концентрата, агломерата или окатышей массой 2 г при массовой доле окиси бария до 1% или 1 г при массовой доле окиси бария свыше 1% сплавляют с десятикратным количеством калия-натрия углекислого. Навеску материала в платиновом тигле тщательно смешивают примерно с 2/3 общего количества плавня, затем полученную смесь засыпают сверху оставшимся плавнем, тигель закрывают крышкой и сплавляют в муфельной печи при 900—950°С в течение 30 мин.

Тигель с плавом охлаждают, помещают в стакан вместимостью 600 см³ и плав растворяют в 120 см³ соляной кислоты, разбавленной 1 : 1. Тигель вынимают из стакана и ополаскивают водой. К раствору прибавляют 5 см³ серной кислоты, разбавленной 1 : 1, и осторожно, не допуская разбрызгивания, раствор выпаривают досуха. Сухой остаток охлаждают, приливают 10 см³ соляной кислоты и снова выпаривают досуха. Обработку соляной кислотой повторяют дважды. Сухой остаток тщательно увлажняют соляной кислотой (~5—10 см³) и выдерживают на теплой плите в течение 10 мин. Приливают 150—200 см³ горячей воды и кипятят до растворения растворимых солей. Раствор охлаждают, нейтрализуют аммиаком, разбавленным 1 : 1, до появления осадка гидроокисей железа (pH ~ 2). Затем осторожно, по каплям, приливают соляную кислоту, разбавленную 1 : 1, до растворения выпавшего осадка и 0,5—1 см³ на каждые 100 см³ раствора в избыток (раствор не более чем 1%-ный по соляной кислоте). Значение pH раствора при этом ~ 1,6. Контролируют pH по универсальной индикаторной бумаге или бумаге «Рифан».

Раствор энергично перемешивают стеклянной палочкой и оставляют на 12 ч, затем фильтруют через плотный фильтр, уплотненный фильтробумажной массой, промывают 2—3 раза соляной кислотой, разбавленной 1 : 200, и 3—4 раза теплой водой.

Если материал содержит свинец, осадок на фильтре промывают 6—8 раз раствором уксуснокислого аммония (300 г/дм³), затем 3—4 раза горячей водой.

Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, высушивают, озоляют и прокаливают при 600—700°С. Остаток в тигле смачивают водой, приливают 3—4 капли серной кислоты, разбавленной 1 : 1,5—7 см³ фтористоводородной кислоты и раствор выпаривают досуха. К остатку снова приливают 5—7 см³ фтористоводородной кислоты и выпаривают досуха. Тигель с остатком прокаливают при 500—600°С до полного удаления паров серной кислоты. Остаток сплавляют с 3 г углекислого натрия при 950—1000°С. Плав выщелачивают в 100 см³ горячей воды, дают осадку скоагулироваться и отфильтровывают его на плотный фильтр. Фильтр с осадком и стакан промывают 5—6 раз раствором углекислого натрия. Фильтрат отбрасывают.

Осадок на фильтре осторожно, под стеклом, растворяют 20 см³ соляной кислоты, разбавленной 1 : 3, в стакан вместимостью 400 см³.

Тигель промывают соляной кислотой той же концентрации и полученный раствор через воронку переносят в тот же стакан вместимостью 400 см³. Фильтр промывают 4—5 раз горячей водой и отбрасывают. Раствор выпаривают до объема 3—5 см³, прибавляют 100 см³ воды, 10 см³ раствора уксуснокислого аммония (300 г/дм³). Величина pH раствора должна быть ~6,5—7, контроль

осуществляется по универсальной индикаторной бумаге (при необходимости доводят pH раствора до нужного значения раствором аммиака, разбавленным 1 : 1). Раствор нагревают до 70—80°С и по каплям при непрерывном энергичном перемешивании прибавляют 5 см³ раствора двухромовокислого аммония. Дают осадку отстояться в течение 30—40 мин, охлажденный раствор декантируют на плотный фильтр, затем количественно переносят осадок, промывают фильтр с осадком раствором уксуснокислого аммония (6 г/дм³) до исчезновения оранжевой окраски фильтра. Фильтрат отбрасывают. Фильтр с осадком помещают в предварительно прокаленный и взвешенный платиновый или фарфоровый тигель, высушивают, озоляют и прокаливают при 700—800°С в течение 20—25 мин до постоянной массы. Затем тигель с осадком охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

3.2.2. Для внесения поправки на содержание окиси бария в реактивах через все стадии анализа проводят контрольный опыт. Для этого навеску калия-натрия углекислого (10—20 г) помещают в стакан вместимостью 600 см³, приливают 120 см³ соляной кислоты, разбавленной 1 : 1, и далее анализ продолжают, как указано в п. 3.2.1.

Нейтрализацию раствора контрольного опыта аммиаком, разбавленным 1 : 1, проводят в присутствии индикатора метилового оранжевого до начала окрашивания раствора в желтый цвет, затем приливают соляную кислоту, разбавленную 1 : 1, до изменения окраски и в избыток 0,5—1 см³ на каждые 100 см³ раствора.

3.3. **Обработка результатов**

3.3.1. Массовую долю окиси бария (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 0{,}6053 \cdot K \cdot 100}{m},$$

где m_1 — масса хромата бария в анализируемой пробе, г;

m_2 — масса хромата бария в контрольном опыте, г;

0,6053 — коэффициент пересчета хромата бария на окись бария;

m — масса навески руды, концентрата, агломерата или окатышей, г;

K — коэффициент пересчета массовой доли окиси бария на массовую долю ее в сухом материале (см. п. 2.3.1).

3.3.2. Расхождение между результатами двух определений при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должно превышать величины, указанной в п. 2.3.2.

4. МЕТОД ФОТОМЕТРИИ ПЛАМЕНИ

Метод основан на измерении при длине волны 553,6 нм излучения атомов бария (метод эмиссии) или поглощения изучения

спектральной лампы с полым катодом атомами бария (метод атомной абсорбции). Для атомизации используют пламя закись азота—ацетилен.

4.1. **Аппаратура, реактивы и растворы**

Печь муфельная с терморегулятором, обеспечивающая температуру нагрева не менее 1000°С.

Спектрофотометр атомно-абсорбционный.

Лампа с полым катодом на барий.

Тигли платиновые по ГОСТ 6563—75.

Калий-натрий углекислый по ГОСТ 4332—76.

Натрий углекислый по ГОСТ 83—79 и раствор 10 г/дм³.

Кислота щавелевая по ГОСТ 22180—76.

Калий азотнокислый по ГОСТ 4217—77.

Смесь для спекания; готовят перед употреблением следующим образом: перемешивают углекислый натрий, щавелевую кислоту и азотно-кислый калий в соотношении 10 : 4 : 1.

Барий хлористый по ГОСТ 4108—72.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и разбавленная 1 : 1, 1 : 3, 1 : 200, $c(HCl) = 0{,}5$ моль/дм³.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1 : 1.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

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

Калий хлористый по ГОСТ 4334—77, раствор 60 г/дм³.

Стандартные растворы бария:

раствор А: 1,5931 г хлористого бария растворяют в растворе соляной кислоты с молярной концентрацией 0,5 моль/дм³, переливают в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доводят этим же раствором соляной кислоты до метки и перемешивают. 1 см³ раствора соответствует 1 мг окиси бария;

раствор Б: 10 см³ стандартного раствора бария А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки раствором соляной кислоты с молярной концентрацией 0,5 моль/дм³ и перемешивают. 1 см³ раствора соответствует 0,1 мг окиси бария.

Метиловый оранжевый (пара-диметиламиноазобензолсульфокислый натрий) по ГОСТ 10816—64, индикатор, раствор 10 г/дм³.

Бумага индикаторная универсальная.

Бумага индикаторная «Рифан» для интервала pH 0,3—2,2.

4.2. **Проведение анализа**

4.2.1. Для приборов с малой разрешающей способностью, не устраняющих влияние кальция

4.2.1.1. Навеску руды, концентрата, агломерата или окатышей массой 1 г помещают в платиновый тигель и тщательно смешивают с 10 г калия-натрия углекислого. Тигель закрывают крышкой и смесь сплавляют при 900—950°С в течение 30 мин. Тигель с плавом охлаждают, помещают в стакан вместимостью 600 см³ и плав

растворяют в 120 см³ соляной кислоты, разбавленной 1 : 1. Тигель вынимают из стакана и промывают водой. К раствору прибавляют 5 см³ серной кислоты, разбавленной 1 : 1, и осторожно, не допуская разбрызгивания, выпаривают досуха. Сухой остаток охлаждают, приливают 10 см³ соляной кислоты и снова выпаривают досуха. Обработку соляной кислотой повторяют дважды. Сухой остаток тщательно увлажняют соляной кислотой (~5 см³) и выдерживают на теплой плите в течение 10 мин. Приливают 150—200 см³ горячей воды и кипятят до растворения растворимых солей. Раствор охлаждают, нейтрализуют аммиаком, разбавленным 1 : 1, до появления осадка гидроокисей железа (pH~2). Затем осторожно, по каплям, приливают соляную кислоту, разбавленную 1 : 1, до растворения выпавшего осадка и 0,5—1 см³ на каждые 100 см³ раствора в избыток (раствор не более чем 1%-ный по соляной кислоте). Значение pH раствора при этом ~1,6. Контролируют pH по универсальной индикаторной бумаге или бумаге «Рифан». Раствор энергично перемешивают стеклянной палочкой и оставляют на 12 ч, затем фильтруют через плотный фильтр, уплотненный фильтробумажной массой, промывают 2—3 раза соляной кислотой, разбавленной 1 : 200, и 3—4 раза теплой водой.

Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, высушивают, озоляют и прокаливают при 600—700°С. Остаток в тигле смачивают водой, прибавляют 3—4 капли серной кислоты, разбавленной 1 : 1,5—7 см³ фтористоводородной кислоты и выпаривают досуха. К остатку снова приливают 5—7 см³ фтористоводородной кислоты и выпаривают досуха. Тигель с остатком прокаливают при 500—600°С до полного удаления паров серной кислоты. Остаток сплавляют с 3 г углекислого натрия при 950—1000°С. Плав выщелачивают в 100 см³ горячей воды, дают осадку отстояться и отфильтровывают его на плотный фильтр. Фильтр с осадком и стакан промывают 5—6 раз раствором углекислого натрия. Фильтрат отбрасывают.

Осадок на фильтре осторожно, под стеклом, растворяют 10 см³ горячего раствора соляной кислоты, разбавленной 1 : 3. Тигель промывают 10 см³ этой же соляной кислоты и полученный раствор через воронку присоединяют к фильтрату. Фильтр промывают 4—5 раз горячей водой и отбрасывают. Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, приливают 10 см³ раствора хлористого калия, доводят водой до метки и перемешивают (основной раствор).

4.2.1.2. *Подготовка растворов для измерения в режиме атомной абсорбции*

При массовой доле окиси бария до 0,6% фотометрируют основной раствор. При массовой доле окиси бария более 0,6% аликвоту основного раствора, содержащую окись бария в количестве, соответствующем содержанию окиси бария в градуировочном

графике, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³. Затем прибавляют раствор хлористого калия, чтобы общее количество его в 100 см³ раствора было равно 10 см³, доводят до метки раствором соляной кислоты (0,5 моль/дм³) и перемешивают.

4.2.1.3. *Подготовка растворов для измерения в режиме эмиссии*

При массовой доле окиси бария до 0,15% фотометрируют основной раствор. При массовой доле окиси бария более 0,15% аликвотную часть основного раствора, содержащую окись бария в количестве, соответствующем содержанию окиси бария в градуировочном графике, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³. Затем прибавляют раствор хлористого калия, чтобы общее количество его в 100 см³ раствора было равно 10 см³, доводят до метки раствором соляной кислоты (0,5 моль/дм³) и перемешивают.

4.2.1.4. Растворы распыляют в пламени закись азота—ацетилен атомно-абсорбционного спектрофотометра и измеряют эмиссию или абсорбцию бария при длине волны 553,6 нм.

Каждый раствор фотометрируют не менее двух раз и для расчета берут среднее арифметическое показаний прибора.

При смене растворов систему распыления промывают водой до получения нулевого показания прибора.

Для внесения поправки на содержание окиси бария в реактивах через все стадии анализа проводят контрольный опыт.

По найденным значениям абсорбции (эмиссии) исследуемого раствора за вычетом значения абсорбции (эмиссии) раствора контрольного опыта, полученного параллельно с пробами, находят массу окиси бария по градуировочному графику.

4.2.1.5. Для построения градуировочного графика (при измерении в режиме абсорбции) в мерные колбы вместимостью по 100 см³ отмеривают бюреткой 0,6; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0 см³ стандартного раствора А, что соответствует 0,6; 1; 2; 3; 4; 5; 6 мг окиси бария, или (при измерении в режиме эмиссии) отмеривают 4, 6, 8, 10, 12, 15 см³ стандартного раствора бария Б, что соответствует 0,4; 0,6; 0,8; 1,0; 1,2; 1,5 мг окиси бария. Затем к растворам прибавляют 10 см³ хлористого калия, доводят до метки раствором соляной кислоты с молярной концентрацией 0,5 моль/дм³ и перемешивают. Измерение проводят, как указано в п. 4.2.1.4.

Контрольный опыт для градуировочного графика проводят, как описано выше, но без добавления стандартного раствора бария.

По найденным значениям абсорбции (эмиссии) растворов для градуировочного графика за вычетом значения абсорбции (эмиссии) раствора контрольного опыта и соответствующим им массам окиси бария строят градуировочный график.

Примечание. Поскольку диапазон линейности градуировочных графиков зависит от чувствительности применяемых приборов, предлагаемые содержания окиси бария для определения в пробах (пп. 4.2.1.2 и 4.2.1.3) для построения градуировочных графиков (п. 4.2.1.5) следует считать рекомендуемыми.

4.2.2. Для приборов с большой разрешающей способностью (при отсутствии влияния окиси кальция на уровне содержания ее в пробе)

4.2.2.1. Навеску руды, концентрата, агломерата или окатышей массой 1 г помещают в платиновый тигель, тщательно смешивают с 1,5 г углекислого натрия и спекают при 900—950°С в течение 30 мин.

4.2.2.2. Разложение материала можно проводить следующим образом: навеску пробы массой 1 г помещают в платиновый или фарфоровый тигель и тщательно смешивают с 4 г смеси для спекания. Смесь заворачивают в конденсаторную или папиросную бумагу. Ампулообразный кулечек помещают на подкладку из увлажненного фильтра в тигель, в котором проводили перемешивание. Тигель ставят в холодную муфельную печь, нагревают до 750—800°С и выдерживают при этой температуре 15—30 мин.

4.2.2.3. Спек, полученный по п. 4.2.2.1 или 4.2.2.2, охлаждают и переносят в стакан вместимостью 400 см³, приливают 100 см³ горячей воды, закрывают стакан часовым стеклом, нагревают до кипения и кипятят до полного распадения спека. Комочки спека размельчают стеклянной палочкой с пестиком. После охлаждения раствор фильтруют через плотный фильтр. Осадок на фильтре промывают 5—6 раз горячим раствором карбоната натрия, затем смывают с фильтра струей горячей воды в стакан, в котором проводили выщелачивание. Фильтр и тигель промывают 20 см³ горячей соляной кислоты, разбавленной 1 : 3, и 3—4 раза горячей водой, собирая соляную кислоту и промывные воды в стакан с осадком. Содержимое стакана нагревают до полного растворения осадка, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, прибавляют 10 см³ раствора хлористого калия, доводят водой до метки и перемешивают. Затем продолжают определение, как указано в пп. 4.2.1.2—4.2.1.5.

4.3. **Обработка результатов**

4.3.1. Массовую долю окиси бария (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot K \cdot 100}{m \cdot 1000},$$

где m_1 — масса окиси бария, найденная по градуировочному графику, мг;

m — масса навески руды, концентрата, агломерата или окатышей в фотометрируемом растворе, г;

K — коэффициент пересчета массовой доли окиси бария на массовую долю ее в сухом материале (см. п. 2.3.1).

4.3.2. Расхождение между результатами двух определений при доверительной вероятности $P=0,95$ не должно превышать величины, указанной п. 2.3.2.

Редактор *Н. Е. Шестакова*
Технический редактор *В Н. Тушева*
Корректор *Л. А. Пономарева*

gost.e-ecolog.ru

Сдано в наб. 06.01.84 Подп. в печ. 19.03.84 1,0 усл. п. л. 1,0 усл. кр.-отт. 0,91 уч.-изд. л. Тир. 6000 Цена 5 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123840, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник», Москва, Лялин пер., 6. Зак. 48