УДК 546-41

Издание официальное

СССР

Государственный комитет стандартов, мер и измерительных приборов СССР

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 4158—65

Реактивы

БАРИЙ УГЛЕКИСЛЫЙ

Reagents. Barium carbonate

Взамен ГОСТ 4158—48

Группа Л51

Углекислый барий представляет собой порошок или куски белого цвета; почти не растворим в воде, растворим в разбавленной соляной или азотной кислотах, в уксусной кислоте.

Формула: $BaCO_3$.

Молекулярный вес (по международным атомным весам 1961 г.) — 197,36.

I. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1. Углекислый барий должен соответствовать требованиям, указанным в таблице.

Показатели	Нормы в %		
	„Химически чистый" („х. ч.")	„Чистый для анализа" („ч. д. а.")	„Чистый"
1. Нерастворимые в соляной кислоте вещества, не более	0,01	0,02	0,1
2. Растворимые щелочи и карбонаты (в виде OH), не более	0,008	0,015	0,02
3. Азот общий (N) (из нитратов, нитритов, аммиака), не более	0,001	0,002	0,005
4. Хлориды (Cl), не более	0,001	0,002	0,01
5. Сульфиды (S), не более	0,0002	0,0005	Не нормируется
6. Железо (Fe), не более	0,0005	0,001	0,002
7. Тяжелые металлы сероводородной группы (Pb), не более	0,0005	0,001	0,002
8. Кальций и стронций (Ca+Sr), не более	0,3	0,5	0,5
9. Калий и натрий (K+Na), не более	0,05	0,1	0,25

Внесен Государственным комитетом химической промышленности при Госплане СССР

Утвержден Государственным комитетом стандартов, мер и измерительных приборов СССР 1/III 1965 г.

Срок введения 1/VII 1965 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

II. МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ

2. Пробы отбирают по ГОСТ 3885—59.

Общий вес средней отобранной пробы должен быть не менее 200 *г*.

3. Определение содержания нерастворимых в соляной кислоте веществ

а) *Применяемые реактивы и растворы*

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—53.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—46, 10%-ный раствор.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—63, 0,1 н раствор.

б) *Проведение испытания*

25 *г* препарата взвешивают с точностью до 0,01 *г* и растворяют в 100 *мл* раствора соляной кислоты. Раствор нагревают до кипения и фильтруют через фильтр-тигель типа ТПС-4 (ГОСТ 9775—61), предварительно высушенный до постоянного веса и взвешенный с точностью до 0,0002 *г*. Остаток промывают горячей водой до исчезновения реакции на Cl (проба с азотнокислым серебром) и сушат при температуре 105—110°С до постоянного веса.

Препарат считают соответствующим стандарту, если вес высушенного остатка будет не более:

для препарата «химически чистый» — 2,5 *мг*,

для препарата «чистый для анализа» — 5 *мг*,

для препарата «чистый» — 25 *мг*.

4. Определение содержания растворимых щелочей и карбонатов (в виде OH)

а) *Применяемые реактивы и растворы*

Вода дистиллированная, не содержащая углекислоты, по ГОСТ 4517—65.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—46, 0,02 н раствор.

Фенолфталеин по ГОСТ 5850—51, 1%-ный спиртовой раствор.

б) *Проведение испытания*

5 *г* препарата взвешивают с точностью до 0,01 *г*, прибавляют 50 *мл* воды, взбалтывают в течение 5 *мин* и фильтруют. 30 *мл* фильтрата (содержат 3 *г* препарата) помещают в коническую колбу вместимостью 100 *мл*, прибавляют 0,2 *мл* раствора фенолфталеина и титруют раствором соляной кислоты до исчезновения розовой окраски раствора.

Содержание растворимых щелочей и карбонатов в виде (OH) в процентах (X) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{V \cdot 0{,}0003 \cdot 100}{G},$$

где:

V — объем точно 0,02 н раствора соляной кислоты, пошедший на титрование, в *мл*;

G — навеска препарата в *г*;

0,0003 — количество ОН, соответствующее 1 *мл* точно 0,02 н раствора соляной кислоты, в *г*.

5. Определение содержания общего азота

а) *Применяемые реактивы и растворы*

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—53.

Кислота серная по ГОСТ 4204—48, разбавленная 1 : 3.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—46, 25%-ный раствор.

Натр едкий по ГОСТ 4328—48, 20%-ный раствор.

Раствор, содержащий N, по ГОСТ 4212—62.

Реактив Несслера по ГОСТ 4517—65.

Сплав Деварда.

Раствор для приготовления эталонов готовят следующим образом: в круглодонную колбу вместимостью 500 *мл* помещают 200 *мл* воды, 80 *мл* раствора едкого натра и 2 *г* сплава Деварда. Колбу закрывают пробкой с «гуськом», содержащим разбавленную серную кислоту.

Содержимое колбы периодически взбалтывают и через 1 *ч* отгоняют 200 *мл* жидкости в градуированный цилиндр (с притертой пробкой), содержащий 40 *мл* воды. Цилиндр закрывают пробкой и перемешивают. Для приготовления каждого эталонного раствора из цилиндра отбирают 60 *мл* жидкости, прибавляют необходимое количество раствора, содержащего N, разбавляют водой до 100 *мл* и перемешивают.

б) *Проведение испытания*

1 *г* препарата взвешивают с точностью до 0,01 *г*, растворяют в 25 *мл* воды и 2 *мл* раствора соляной кислоты и кипятят в течение 1 *мин*. Охлажденный раствор помещают в круглодонную колбу вместимостью 250 *мл*, прибавляют 50 *мл* воды, 20 *мл* раствора едкого натра и 0,5 *г* сплава Деварда. Колбу закрывают пробкой с «гуськом», содержащим разбавленную серную кислоту, и содержимое колбы периодически взбалтывают. Через 1 *ч* из колбы отгоняют 50 *мл* жидкости в цилиндр вместимостью 100 *мл* (с притертой пробкой), содержащий 50 *мл* воды. Раствор перемешивают, прибавляют 2 *мл* реактива Несслера и снова перемешивают.

Препарат считают соответствующим стандарту, если наблюдаемое через 5 *мин* окрашивание испытуемого раствора будет не интенсивнее окрашивания эталонного раствора, содержащего в том же объеме:

для препарата «химически чистый» — 0,01 *мг* N,
для препарата «чистый для анализа» — 0,02 *мг* N,
для препарата «чистый» — 0,05 *мг* N
и 2 *мл* реактива Несслера.

6. Определение содержания хлоридов

Определение проводят по ГОСТ 10671—63 (п. 27) визуально-нефелометрическим методом или фотонефелометрическим методом (п. 28).

При этом 1 *г* препарата взвешивают с точностью до 0,01 *г* и растворяют при нагревании в 40 *мл* воды и 3,5 *мл* 25%-ного раствора азотной кислоты. Раствор охлаждают и, если он мутный, его фильтруют через беззольный фильтр, тщательно промытый горячим 1%-ным раствором азотной кислоты. К раствору прибавляют 2 *мл* 25%-ного раствора азотной кислоты, 1 *мл* раствора азотнокислого серебра и перемешивают.

Препарат считают соответствующим стандарту, если наблюдаемая через 20 *мин* опалесценция испытуемого раствора будет не интенсивнее опалесценции эталонного раствора, приготовленного одновременно и содержащего в том же объеме:

для препарата «химически чистый» — 0,01 *мг* Cl,
для препарата «чистый для анализа» — 0,02 *мг* Cl,
для препарата «чистый» — 0,1 *мг* Cl
и те же количества растворов азотной кислоты и азотнокислого серебра.

7. Определение содержания сульфидов

а) *Применяемые реактивы и растворы*

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—53.

Кислота уксусная по ГОСТ 61—51, «х. ч.», ледяная.

Натрий серноватистокислый по ГОСТ 4215—48, 0,1 н раствор.

Раствор, содержащий S, готовят следующим образом: 0,3 *мл* раствора серноватистокислого натрия помещают в мерную колбу вместимостью 100 *мл*, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают. 1 *мл* полученного раствора содержит 0,01 *мг* S.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—63, 0,1 н раствор.

б) *Проведение испытания*

2,5 *г* препарата, предварительно растертого в ступке, взвешивают с точностью до 0,01 *г*, прибавляют 15 *мл* воды и небольшими порциями 5 *мл* уксусной кислоты; осторожно перемешивают до растворения препарата. Затем сразу же

прибавляют 1 *мл* раствора азотнокислого серебра и перемешивают.

Препарат считают соответствующим стандарту, если наблюдаемое через 5 *мин* на фоне молочного стекла окрашивание испытуемого раствора будет не интенсивнее окрашивания эталонного раствора, приготовленного одновременно и содержащего в том же объеме:

для препарата «химически чистый» — 0,005 *мг* S,

для препарата «чистый для анализа» — 0,012 *мг* S,

количество хлоридов в миллиграммах, найденное по п. 6 в пересчете на 2,5 *г* (испытуемого препарата), 4 *мл* уксусной кислоты и 1 *мл* раствора азотнокислого серебра.

8. Определение содержания железа

Определение проводят по ГОСТ 10555—63 (п. 18А) роданидным методом с предварительным окислением железа азотной кислотой. При этом 0,5 *г* препарата взвешивают с точностью до 0,01 *г*, помещают в коническую колбу вместимостью 60 *мл* с меткой на 50 *мл*, прибавляют 25 *мл* воды, 3,7 *мл* раствора соляной кислоты и перемешивают до растворения препарата. Затем прибавляют 0,25 *мл* раствора азотной кислоты, перемешивают и кипятят в течение 2—3 *мин*.

Раствор охлаждают, прибавляют 4 *мл* раствора роданистого аммония, перемешивают, доводят объем раствора водой до метки, снова перемешивают и фотоколориметрируют.

Препарат считают соответствующим стандарту, если содержание железа будет не более:

для препарата «химически чистый» — 0,0025 *мг*,

для препарата «чистый для анализа» — 0,005 *мг*,

для препарата «чистый» — 0,01 *мг*.

Допускается заканчивать определение визуально.

При необходимости в результат вносят поправку на содержание железа в применяемых количествах реактивов, определяемых контрольным опытом.

9. Определение содержания тяжелых металлов

а) *Применяемые реактивы и растворы*

Аммиак водный по ГОСТ 3760—64, 10%-ный раствор.

Бумага лакмусовая.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—53.

Вода сероводородная по ГОСТ 4517—65, свежеприготовленная.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—46, «х. ч.», 25%-ный раствор.

Кислота уксусная по ГОСТ 61—51, «х. ч.», ледяная.

Раствор, содержащий Pb, по ГОСТ 4212—62.

б) *Проведение испытания*

3 *г* препарата взвешивают с точностью до 0,01 *г*, помещают в коническую колбу вместимостью 50 *мл* и растворяют в 10 *мл* воды и 5 *мл* раствора соляной кислоты при осторожном нагревании. Раствор охлаждают, нейтрализуют раствором аммиака по лакмусовой бумажке, прибавляют 1 *мл* уксусной кислоты, 10 *мл* сероводородной воды и перемешивают.

Препарат считают соответствующим стандарту, если наблюдаемое через 10 *мин* окрашивание испытуемого раствора будет не интенсивнее окрашивания эталонного раствора, приготовленного одновременно и содержащего в том же объеме:

для препарата «химически чистый» — 0,015 *мг* Pb,

для препарата «чистый для анализа» — 0,03 *мг* Pb,

для препарата «чистый» — 0,06 *мг* Pb,

1 *мл* уксусной кислоты и 10 *мл* сероводородной воды.

При необходимости в результат вносят поправку на содержание тяжелых металлов в применяемых реактивах, определяемую контрольным опытом.

10. Определение содержания углекислого бария

а) *Применяемые реактивы и растворы*

Бромфеноловый синий по ГОСТ 4919—49.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—53.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—46, 1 н раствор.

Натр едкий по ГОСТ 4328—48, 1 н раствор.

б) *Проведение испытания*

Около 4 *г* препарата взвешивают с точностью до 0,0002 *г* и растворяют при нагревании в 50 *мл* воды и 50 *мл* раствора соляной кислоты. Раствор кипятят в течение 5 *мин*, охлаждают и титруют раствором едкого натра в присутствии 0,4 *мл* раствора бромфенолового синего до перехода желтой окраски раствора в сине-фиолетовую.

Содержание углекислого бария в процентах (X_1) вычисляют по формуле:

$$X_1 = \frac{(V - V_1) \cdot 0{,}09868 \cdot 100}{G},$$

где:

V — объем точно 1 н раствора соляной кислоты, взятый для растворения препарата, в *мл*;

V_1 — объем точно 1 н раствора едкого натра, пошедший на обратное титрование, в *мл*;

G — навеска препарата в *г*;

0,09868 — количество углекислого бария, соответствующее 1 *мл* точно 1 н раствора соляной кислоты, в *г*.

11. Определение содержания калия, натрия, кальция и стронция проводят пламенно-фотометрическим методом по ГОСТ 11190—65.

III. УПАКОВКА И МАРКИРОВКА

12. Препарат упаковывают и маркируют по ГОСТ 3885—59.

Вид упаковки: Б-1, Б-3п, Б-5п, М-1, П-1.

Группа фасовки: IV, V, VI — не более 3000 *г*.

gost.e-ecolog.ru

изд-во стандартов. Сдано в наб. 12/III 1965 г. Подп. к печ. 1/IV 1965 г. 0,5 п. л.

Тир. 6000 Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 714