ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

ШПАТ ПЛАВИКОВЫЙ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ОКИСИ БАРИЯ

ГОСТ 7619.12—77

Издание официальное

Цена 3 коп.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СТАНДАРТОВ
СОВЕТА МИНИСТРОВ СССР
Москва

gost.e-ecolog.ru

РАЗРАБОТАН Сибирским государственным проектным и научно-исследовательским институтом цветной металлургии (Сибцветметниипроект)

Зам. директора по научной работе **В. А. Аврамов**
Руководитель темы **Г. Н. Верхотуров**

ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР

Член Коллегии **А. П. Снурников**

ПОДГОТОВЛЕН К УТВЕРЖДЕНИЮ Всесоюзным научно-исследовательским институтом стандартизации (ВНИИС)

Директор **А. В. Гличев**

УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 30 марта 1977 г. № 809

УДК 622.363.412 : 546.431-31.06 : 006.354 Группа А59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ШПАТ ПЛАВИКОВЫЙ

Метод определения содержания окиси бария

Fluorite Method for the determination of barium oxide content

ГОСТ 7619.12—77

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 30 марта 1977 г. № 809 срок действия установлен

с 01.07.1978 г.
до 01.07.1983 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на плавиковый шпат и устанавливает спектрографический метод определения содержания бария в пересчете на окись бария.

Метод основан на нахождении спектральной линии искомого элемента в пробе при испарении ее в смеси с угольным порошком из канала угольного электрода в дуге переменного тока и измерении ее интенсивности.

Элементом сравнения служит кальций.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 7619.0—70.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

2 1. Для проведения анализа применяют:

Спектрограф дифракционный марок ДФС-13, ДФС-8 или спектрограф марки ИСП-51 с камерой УФ-85 или аналогичный с разрешающей способностью (линейной дисперсией) 0,3—0,6 нм/мм;

источник питания дуги переменного тока;

микрофотометр типа МФ-2;

станок и фрезы для заточки электродов;

штатив вертикальный с осветителем;

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

★

©Издательство стандартов, 1977

ступку агатовую или яшмовую;

электроды угольные спектральные марки С-2 или С-3 диаметром 6 мм;

фотопластинки «Микро» и спектральные типов I и II чувствительностью соответственно 60—130 ед., 1—2 ед. и 16 ед. по ГОСТ 10691.0—73, размером 9×12 см;

порошок угольный, истертый до крупности 0,063 мм;

барий сернокислый по ГОСТ 3158—75;

кальций фтористый, ос. ч.;

спирт этиловый (гидролизный) ректификованный;

гидрохинон (парадиоксибензол) по ГОСТ 19627—74;

калий бромистый по ГОСТ 4160—74;

метол (пара-метиламинофенолсульфат) по ГОСТ 5.1177—71;

натрий углекислый безводный по ГОСТ 83—63;

натрий сернистокислый (сульфит натрия) безводный по ГОСТ 195—66;

натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия) по ГОСТ 4215—66, фиксаж, раствор концентрации 250 г/л.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Электроды для анализа готовят следующим образом:

верхний угольный электрод затачивают на усеченный конус на длину 5 мм с площадкой диаметром 2 мм. В нижнем угольном электроде высверливают кратер диаметром 4 мм, глубиной 3 мм и толщиной стенок 0,75 мм. Канал электрода должен иметь боковое отверстие диаметром 1 мм на глубине 2,8 мм.

3.2. Проявитель метоловый готовят следующим образом:

1 г метола растворяют в 500—700 мл воды, прибавляют 12 г сульфита натрия, 5 г гидрохинона, 12 г углекислого натрия, 0,4 г бромистого калия и приливают воды до 1000 мл.

3.3. Для приготовления стандартных образцов с известным содержанием определяемого элемента все реактивы должны быть истерты до крупности 0,0063 мм.

В качестве основы используют фтористый кальций, в котором содержание бария определяют спектральным методом добавок. При этом барий определяют не менее чем из пяти отдельных навесок (по три параллельные экспозиции) и полученные результаты усредняют.

Стандартный образец готовят следующим образом: 1,5229 г сернокислого бария и 8,4771 г фтористого кальция тщательно истирают с добавлением спирта в ступке в течение 2 ч. Стандартный образец содержит 10% окиси бария.

Далее отвешивают 1 г стандартного образца и 9 г основы и полученную смесь тщательно истирают с добавлением спирта. 10 г этого стандартного образца содержит 1% окиси бария.

Стандартные образцы, содержащие 0,001; 0,003; 0,005; 0,01; 0,03; 0,05; 0,01; 0,3 и 0,5% окиси бария, готовят последовательным разбавлением предыдущего стандартного образца основой. Перемешивание производят тем же способом, что и при приготовлении исходного стандартного образца.

Содержание окиси бария в стандартных образцах рассчитывают как сумму введенного содержания и содержания его в основе.

Стандартные образцы смешивают с угольным порошком в соотношении 1 : 1 по массе.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Навеску плавикового шпата массой 0,1 г тщательно истирают в ступке с 0,1 г угольного порошка с добавлением спирта. Полученной смесью наполняют по объему отверстия трех угольных электродов и сжигают в дуге переменного тока при силе тока разряда 12 А. Межэлектродный промежуток 1,5 мм. Спектр экспонируют 1,5 мин. Система освещения входной щели спектрографа — трехлинзовая. Ширина щели 0,01 мм. Расстояние между электродами поддерживают постоянным в течение всего времени экспонирования, наблюдая проекции электродов на промежуточной диафрагме высотой 5 мм.

Каждую навеску и стандартный образец сжигают по два раза на одну и ту же фотопластинку. Продолжительность проявления фотопластинок указана на их упаковке.

На спектрограмме с помощью микрофотометра измеряют почернение аналитической линии определяемого элемента и элемента сравнения. Ступень ослабителя выбирают в зависимости от интенсивности линии бария и линии сравнения.

Аналитические линии и интервалы определяемых концентраций окиси бария указаны в табл. 1.

Таблица 1

Аналитические линии, нм	Интервал определяемых концентраций, %
$\frac{\text{Ba } 455{,}4}{\text{Ca } 326{,}9}$	0,001—0,02
$\frac{\text{Ba } 307{,}1}{\text{Ca } 451{,}2}$	0,01—1

В спектрах стандартных образцов и анализируемой навески плавикового шпата находят разность почернений (ΔS) между аналитической линией и линией сравнения.

4.2. По данным фотометрирования стандартных образцов строят градуировочный график в координатах $\Delta S - \lg C$, где C — содержание окиси бария в стандартных образцах.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. По данным измерения почернения аналитической линии бария в спектре анализируемой навески плавикового шпата по градуировочному графику находят содержание окиси бария в пробе.

5.2. Допускаемое расхождение между результатами двух параллельных определений при доверительной вероятности $P=0,95$ не должно превышать значений величин, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля окиси бария в плавиковом шпате, %	Допускаемое расхождение, %
От 0,001 до 0,005	0,0005
Св. 0,005 „ 0,01	0,0025
„ 0,01 „ 0,03	0,003
„ 0,03 „ 0,06	0,008
„ 0,06 „ 0,1	0,01
„ 0,1 „ 0,3	0,02
„ 0,3 „ 1	0,03

Если расхождение между результатами двух параллельных определений превышает приведенное значение, определение повторяют.

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

Редактор *Н. Е. Шестакова*
Технический редактор *Н. П. Замолодчикова*
Корректор *А. С. Черноусова*

Сдано в наб. 12.04.77 Подп. в печ. 09.06.77 0,375 п. л. 0,26 уч.-изд. л. Тир. 8000 Цена 3 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов. Москва, Д-557, Новопресненский пер., 3.
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 588

Изменение № 1 ГОСТ 7619.12—77 Шпат плавиковый. Метод определения содержания окиси бария

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 24.12.87 № 5004

Дата введения 01.07.88

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 1769.

Наименование стандарта. Исключить слово: **«содержания»**, «content».

По всему тексту стандарта заменить единицы и слова: мл на $см^3$, л на $дм^3$, «содержание» и «концентрация» на «массовая доля».

Пункт 1.1. Заменить ссылку: ГОСТ 7619.0—70 на ГОСТ 7619.0—81.

Пункт 2.1. Девятый абзац. Исключить ссылку: «по ГОСТ 10691.0—73»; заменить ссылки: ГОСТ 5.1177—71 на ГОСТ 25664—83, ГОСТ 83—63 на ГОСТ

(Продолжение см. с. 46)

(Продолжение изменения к ГОСТ 7619.12—77)

83—79, ГОСТ 195—66 на ГОСТ 195—77, ГОСТ 4215—66 на СТ СЭВ 223—85;

двенадцатый абзац изложить в новой редакции: «кальций фтористый по ГОСТ 7167—77».

Пункт 3.3. Первый абзац изложить в новой редакции: «В качестве стандартных образцов используют смеси, для приготовления которых все реактивы должны быть истерты до крупности 0,063 мм».

Раздел 5 дополнить пунктом — 5.3: «5.3. Контроль точности измерений — по ГОСТ 7619.0—81».

gost.e-ecolog.ru

(ИУС № 4 1988 г.)