ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

РЕАКТИВЫ

БАРИЙ ФТОРИСТЫЙ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 7168—80

Издание официальное

БЗ 2—98

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 546.431 161—41:006.354 Группа Л51

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

Реактивы

БАРИЙ ФТОРИСТЫЙ

Технические условия

ГОСТ 7168—80

Reagents. Barium fluoride. Specifications

ОКП 26 2124 0490 06

Дата введения 01.01.81

Настоящий стандарт распространяется на фтористый барий, который представляет собой белый порошок; мало растворим в воде, растворяется в смеси растворов соляной или азотной кислот с борной кислотой.

Формула: BaF_2.

Молекулярная масса (по международным атомным массам 1971 г.) — 175,33.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Фтористый барий должен быть изготовлен в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

1.2. По химическим показателям фтористый барий должен соответствовать нормам, указанным в табл. 1.

Таблица 1

Наименование показателя	Норма	
	Чистый для анализа (ч.д.а.) ОКП 26 2124 0492 04	Чистый (ч.) ОКП 26 2124 0491 05
1. Массовая доля фтористого бария (BaF_2), %, не менее	99,5	99,0
2. Массовая доля потерь при прокаливании, %, не более	0,2	0,3
3. Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более	0,005	0,005
4. Массовая доля сульфатов (SO_4), %, не более	0,015	0,030
5. Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,002	0,005
6. Массовая доля кремния (Si), %, не более	0,01	0,02
7. Массовая доля тяжелых металлов (Pb+Cu+Mn), %, не более	0,001	0,003

(Измененная редакция, Изм. № 1).

Издание официальное Перепечатка воспрещена

★

© Издательство стандартов, 1980
© ИПК Издательство стандартов, 1998
Переиздание с Изменениями

2. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2.1. Фтористый барий по степени воздействия на организм человека относится к веществам 2-го класса опасности (ГОСТ 12.1.007). Предельно допустимая концентрация его в воздухе рабочей зоны — 0,1 мг/м^3. При увеличении концентрации может вызывать острые и хронические отравления с поражением жизненно важных органов и систем.

2.2. Определение предельно допустимой концентрации фтористого бария в воздухе основано на поглощении фтористого водорода раствором ализаринкомплексоната лантана с последующим измерением оптической плотности образовавшегося тройного комплексного соединения синего цвета.

2.3. Фтористый барий под действием кислот разлагается с выделением фтористого водорода. Предельно допустимая концентрация его в воздухе рабочей зоны — 0,05 мг/см^3.

2.4. Помещения, в которых проводятся работы с препаратом, должны быть оборудованы общей приточно-вытяжной вентиляцией. Анализ препарата следует проводить в вытяжном шкафу лаборатории.

Разд. 2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

3.1. Правила приемки — по ГОСТ 3885.

4. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

4.1. Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025.

При выполнении операций взвешивания используют лабораторные весы 2-го класса точности по ГОСТ 24104 с наибольшим пределом взвешивания 200 г и 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г.

Допускается применение импортной лабораторной посуды и аппаратуры по классу точности и реактивов по качеству не ниже отечественных.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.2. Пробы отбирают по ГОСТ 3885. Масса средней пробы должна быть не менее 50 г.

4.3. Определение массовой доли фтористого бария проводят по ГОСТ 10398.

При этом около 0,2000 г препарата, предварительно растертого в агатовой ступке, помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3, прибавляют 3 см^3 раствора борной кислоты, 1 см^3 раствора соляной кислоты с массовой долей 25 %, смесь нагревают и перемешивают до полного растворения препарата. Объем раствора доводят водой до 85 см^3, прибавляют из бюретки (вместимостью 25 см^3 с ценой деления 0,1 (0,05) см^3) 20 см^3 раствора ди-Na-ЭДТА концентрации 0,05 моль/дм^3, 15 см^3 раствора гидроокиси калия концентрации 1 моль/дм^3 (1 н.), приготовленного на воде, не содержащей углекислоты (ГОСТ 4517) и около 0,1 г индикаторной смеси метилтимолового синего. Раствор после прибавления каждого реактива перемешивают и дотитровывают раствором ди-Na-ЭДТА до перехода его синей окраски в фиолетово-серую.

Масса фтористого бария, соответствующая 1 см^3 раствора ди-Na-ЭДТА концентрации точно 0,05 моль/дм^3 (0,05 М), — 0,008767 г.

Допускается проводить титрование в присутствии индикаторной смеси флуорексона.

4.4. Определение массовой доли потерь при прокаливании

Около 1,0000 г препарата взвешивают в платиновом тигле (ГОСТ 6563), предварительно прокаленном до постоянной массы и взвешенном с той же точностью, и прокаливают в муфельной печи при 600—700 °С до постоянной массы.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса потерь при прокаливании не будет превышать:

для препарата чистый для анализа — 2 мг,

для препарата чистый — 3 мг.

4.5. Определение массовой доли хлоридов проводят по ГОСТ 10671.7.

При этом 0,200 г препарата, тщательно растертого в агатовой ступке, помещают в коническую колбу вместимостью 50 см^3, растворяют при слабом нагревании в 5 см^3 раствора борной кислоты (ГОСТ 9656) с массовой долей 3 % и 2 см^3 раствора азотной кислоты с массовой долей 25 %. После охлаждения доводят объем раствора водой до 30 см^3 и, если раствор мутный, его фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента», тщательно промытый горячим раствором азотной

кислоты с массовой долей 1 %. Далее определение проводят фототурбидиметрическим (в объеме 50 $см^3$) или визуально-нефелометрическим (в объеме 40 $см^3$) методом.

В контрольный раствор прибавляют 5 $см^3$ раствора борной кислоты.

При фототурбидиметрическом определении допускается проводить измерение оптической плотности растворов при длине волны (440 ± 10) мм.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса хлоридов не будет превышать:

для препарата чистый для анализа — 0,01 мг,

для препарата чистый — 0,01 мг.

При разногласиях в оценке массовой доли хлоридов анализ проводят фототурбидиметрическим методом.

4.6. Определение массовой доли сульфатов проводят по ГОСТ 10671.5.

При этом 0,200 г препарата, тщательно растертого в агатовой ступке, помещают в коническую колбу вместимостью 50—100 $см^3$, растворяют при слабом нагревании и перемешивании в 10 $см^3$ раствора борной кислоты (ГОСТ 9656—75) с массовой долей 3 % и 2 $см^3$ раствора соляной кислоты. Раствор охлаждают, доводят объем его водой до 25 $см^3$ и далее определение проводят фототурбидиметрическим или визуально-нефелометрическим (способ 1) методом, не прибавляя раствор соляной кислоты.

Контрольный раствор содержит все те же реактивы, что и анализируемый.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса сульфатов не будет превышать:

для препарата чистый для анализа — 0,03 мг,

для препарата чистый — 0,06 мг.

При разногласиях в оценке массовой доли сульфатов анализ проводят фототурбидиметрическим методом.

4.3—4.6. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

4.7. Определение массовой доли железа, кремния, свинца, меди и марганца

4.7.1. *Аппаратура, посуда, реактивы и растворы*

Спектрограф кварцевый типа ИСП-28 или ИСП-30 с трехлинзовой системой освещения щели и трехступенчатым ослабителем. Допускается использование других приборов с аналогичными метрологическими характеристиками.

Генератор дуги переменного тока ДГ-2, ИВС-28 или аналогичного типа.

Спектропроектор типа СПП-2 или ПС-18.

Микрофотометр МФ-4, ИФО-451 или аналогичного типа.

Прибор ИС для измельчения и перемешивания веществ с комплектом контейнеров и шариков из органического стекла диаметром 10 мм.

Ступка и пестик из органического стекла.

Бюксы из фторопласта или полиэтилена.

Фотопластинки спектральные типа СП-1 чувствительностью 3—6 отн. ед.

Угли графитированные для спектрального анализа марки ос. ч. 7—3 (электроды угольные) диаметром 6 мм; верхний электрод заточен на конус, нижний электрод — с кратером диаметром 5 мм и глубиной 4 мм.

Железо (III) окись, ос. ч. 2—4.

Кремний двуокись, ос. ч. 12—4.

Марганец (III) окись, ос. ч. 11—2.

Меди (II) окись по ГОСТ 16539.

Свинца (II) окись по НД.

Барий фтористый, не содержащий примеси определяемых элементов или с минимальным их содержанием, которое определяют методом добавок в условиях данной методики и учитывают при построении градуировочных графиков.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Гидрохинон (парадиоксибензол) по ГОСТ 19627.

Калий бромистый по ГОСТ 4160.

Метол (4-метиламинофенол сульфат) по ГОСТ 25664.

Натрий сульфит 7-водный.

Натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный по ГОСТ 27068.

Натрий углекислый по ГОСТ 83 или натрий углекислый 10-водный по ГОСТ 84.

Проявитель метолгидрохиноновый; готовят следующим образом:

раствор А — 2 г метола, 10 г гидрохинона и 104 г 7-водного сульфита натрия растворяют в воде, доводят объем раствора водой до 1 $дм^3$, перемешивают и, если раствор мутный, его фильтруют;

раствор Б — 16 г углекислого натрия (или 40 г 10-водного углекислого натрия) и 2 г бромистого калия растворяют в воде, доводят объем раствора водой до 1 $дм^3$, перемешивают и, если раствор мутный, его фильтруют. Затем растворы А и Б смешивают в равных объемах.

Фиксаж быстродействующий; готовят следующим образом:

500 г 5-водного серноватистокислого натрия и 100 г хлористого аммония растворяют в воде, доводят объем раствора водой до 2 $дм^3$, перемешивают и, если раствор мутный, его фильтруют.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.7.2. *Подготовка к анализу*

4.7.2.1. *Приготовление анализируемой пробы*

2,00 г препарата измельчают на приборе ИС в контейнере с пятью шариками в течение 10 мин.

4.7.2.2. *Приготовление образцов для построения градуировочных графиков*

Предварительно готовят образец А с массовыми долями железа 0,5 %, кремния 1,5 %, свинца, меди и марганца по 0,15 %. Для этого 0,0358 г окиси железа (III), 0,1605 г двуокиси кремния, 0,0080 г окиси свинца (II), 0,0094 г окиси меди (II), 0,0107 г окиси марганца (III) и 4,776 г фтористого бария помещают в ступку и перемешивают следующим образом: сначала в ступке в течение 15 мин перетирают окислы и 1 г фтористого бария, затем смесь и остальной фтористый барий помещают в контейнер с пятью шариками и перемешивают на приборе ИС в течение 20 мин.

Образцы 1, 2 и 3 с убывающим содержанием примесей готовят разбавлением образцов А и 1 фтористым барием в соответствии с табл. 2.

Таблица 2

Номер образца	Массовая доля примеси, %					Масса разбавляемого образца, г	Масса BaF_2, г	Время перемешивания, мин
	Fe	Si	Pb	Cu	Mn			
1	0,01	0,03	0,003	0,003	0,003	0,1000 образца А	4,900	25
2	0,0033	0,01	0,001	0,001	0,001	1,000 образца 1	2,000	15
3	0,001	0,003	0,0003	0,0003	0,0003	0,3000 образца 1	2,700	15

Перемешивание образцов осуществляется на приборе ИС в контейнерах с пятью шариками. Готовые образцы хранят в бюксах.

4.7.2.3. *Условия фотометрирования*

Анализ проводят в дуге переменного тока при условиях, указанных ниже.

Сила тока, А — 10,0.

Ширина щели спектрографа, мм — 0,02.

Расстояние между электродами, мм — 2,0.

Время экспозиции — 20 с.

4.7.2.1—4.7.2.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

4.7.3. *Проведение анализа*

Перед анализом электроды обжигают в дуге переменного тока при силе тока 12 А в течение 30 с, для контроля на отсутствие в электродах определяемых примесей.

Анализируемую пробу и образцы для построения градуировочных графиков помещают в кратеры нижних электродов, набивая каждым по три электрода, зажигают дугу и снимают спектрограмму. Спектры анализируемой пробы и образцов снимают на одной фотопластинке не менее трех раз. Щель открывают до зажигания дуги.

4.7.4. *Обработка результатов*

Фотопластинку со снятыми спектрами проявляют, промывают в проточной воде, фиксируют, снова промывают и высушивают на воздухе. Затем проводят фотометрирование аналитических

спектральных линий определяемых примесей и соседнего фона, пользуясь логарифмической шкалой, нм:

Fe — 302,06;
Pb — 283,31;
Mn — 279,48;
Cu — 324,75;
Si — 288,16.

Для каждой аналитической пары вычисляют разность почернений ΔS:

$$\Delta S = S_{л+ф} - S_{ф},$$

где $S_{л+ф}$ — почернение линии + фона;

$S_{ф}$ — почернение фона.

По трем значениям разности почернений определяют среднее арифметическое значение $\Delta S'$ для каждого элемента. По значениям $\Delta S'$ образцов для построения градуировочных графиков для каждого определяемого элемента строят градуировочный график, откладывая на оси абсцисс логарифмы концентраций, на оси ординат — средние арифметические значения разности почернений $\Delta S'$.

Массовую долю каждой примеси в препарате находят по графику.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если массовая доля железа, кремния и суммарная массовая доля свинца, марганца и меди не будут превышать допускаемых норм.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов трех параллельных определений, относительное расхождение между наиболее отличающимися значениями которых не превышает значения допускаемого расхождения, равного 20 %.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

5. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

5.1. Препарат упаковывают и маркируют в соответствии с ГОСТ 3885.

Вид и тип тары: 2—9, 6—1, 11—1, 11—6.

Группа фасовки: III, IV, V, VI, VII.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

5.2. Препарат перевозят всеми видами транспорта в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими на данном виде транспорта.

5.3. Препарат хранят в упаковке изготовителя в крытых складских помещениях, вдали от кислот.

6. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

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

6.2. Гарантийный срок хранения препарата — 3 года со дня изготовления.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности СССР**

   РАЗРАБОТЧИКИ

   Г.В. Грязнов, С.А. Назаров, Т.Г. Манова, И.Л. Ротенберг, В.П. Лопаткина, К.А. Криштул, А.И. Сурнина, З.М. Ривина, Л.В. Кидиярова

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 25.02.80 № 880**

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 7168—75**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 12.1.007—76	2.1
ГОСТ 83—79	4.7.1
ГОСТ 84—76	4.7.1
ГОСТ 3773—72	4.7.1
ГОСТ 3885—73	3.1; 4.2; 5.1
ГОСТ 4160—74	4.7.1
ГОСТ 4517—87	4.3
ГОСТ 6563—75	4 4
ГОСТ 6709—72	4 7 1
ГОСТ 9656—75	4.5, 4.6
ГОСТ 10398—76	4.3
ГОСТ 10671 5—74	4 6
ГОСТ 10671 7—74	4.5
ГОСТ 16539—79	4.7.1
ГОСТ 19627—74	4 7.1
ГОСТ 24104—88	4 1
ГОСТ 25664—83	4.7.1
ГОСТ 27025—86	4 1
ГОСТ 27068—86	4.7.1

5. **Ограничение срока действия снято по протоколу № 3—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 5-6—93)**

6. **ПЕРЕИЗДАНИЕ (август 1998 г.) с Изменением № 1, утвержденным в ноябре 1987 г. (ИУС 2—88)**

Редактор *Л И Нахимова*
Технический редактор *В Н Прусакова*
Корректор *Р А Ментова*
Компьютерная верстка *А С Юфина*

Изд лиц № 021007 от 10 08 95 Сдано в набор 16 09 98 Подписано в печать 12 10 98 Усл печ.л 0,93 Уч -изд.л 0,65
Гираж 148 экз С 1302 Зак 2027

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер , 14
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Калужская типография стандартов, ул Московская, 256
ПЛР № 040138

gost.e-ecolog.ru