ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

РЕАКТИВЫ

НАТРИЙ ФТОРИСТЫЙ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 4463—76

Издание официальное

БЗ 5—92

ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

к ГОСТ 4463—76 Реактивы. Патрий фтористый. Технические условия (см. Изменение № 3, ИУС № 12—91)

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Пункт 3.2.4. Последний абзац	+0,5 %	±0,5 %

(ИУС № 9 2002 г.)

Группа Л51

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

Реактивы

НАТРИЙ ФТОРИСТЫЙ

Технические условия

Reagents
Sodium fluoride
Specifications

ГОСТ
4463—76

ОКП 26 2112 1190 05

Дата введения 01.07.77

Настоящий стандарт распространяется на фтористый натрий, представляющий собой кристаллический порошок, трудно растворимый в воде, нерастворимый в спирте.

Допускается изготовление фтористого натрия по ИСО 6353/3—87 (Р. 88) (см. приложение 1) и проведение анализов по МС ИСО 6353/1—82 (см. приложение 2).

Формула NaF.

Относительная молекулярная масса (по международным атомным массам 1985 г.) — 41,99.

Требования настоящего стандарта являются обязательными.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

1.1. По химическим показателям фтористый натрий должен соответствовать нормам, указанным в таблице.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1976

© Издательство стандартов, 1993

Переиздание с изменениями

Наименование показателя	Норма	
	Чистый для анализа (ч. д. а.) ОКП 26 2112 1192 03	Чистый (ч.) ОКП 26 2112 1191 04
1. Массовая доля фтористого натрия (NaF), %, не менее	99	98
2. Массовая доля нерастворимых в воде веществ, %, не более	0,02	0,05
3. Массовая доля кислоты (в пересчете на HF), %, не более	0,03	0,20
4. Массовая доля щелочи (в пересчете на Na_2CO_3), %, не более	0,10	0,20
5. Массовая доля сульфатов, %, не более	0,01	0,02
6. Массовая доля хлоридов, %, не более	0,002	0,003
7. Массовая доля железа, %, не более	0,002	0,004
8. Массовая доля кремния, %, не более	0,01	0,01
9. Массовая доля суммы свинца, меди и марганца (Pb+Cu+Mn), %, не более	0,001	0,002

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

2а. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2а.1. Фтористый натрий вызывает острые и хронические отравления с поражением жизненно важных органов и систем. При попадании на кожу и слизистые оболочки вызывает ожоги.

Предельно допустимая концентрация в воздухе рабочей зоны (в пересчете на фтор-ион) — 1 мг/м³ (максимально разовая) и 0,2 мг/м³ (средне-сменная). Класс опасности — II по ГОСТ 12.1.005—88.

2а.2. Определение предельно допустимой концентрации фтористого натрия в воздухе основано на взаимодействии фтор-иона с ализаринкомплексонатом лантана с последующим измерением оптической плотности образовавшегося тройного комплексного соединения синего цвета.

2а.3. При работе с препаратом следует применять индивидуальные средства защиты (респираторы, защитные очки, резиновые перчатки, головной убор), а также соблюдать правила личной гигиены.

Не допускается попадание препарата внутрь организма и на кожу.

2а.4. Помещения, в которых проводятся работы с препаратом, должны быть оборудованы непрерывно действующей приточно-вытяжной вентиляцией. Места наибольшего пыления продукта должны быть оборудованы местной вытяжной вентиляцией. Анализ препарата следует проводить в вытяжном шкафу лаборатории.

2а.1—2а.4. **(Измененная редакция, Изм. № 3).**

2а5. Фтористый натрий не горюч и взрывобезопасен.

2а.6. Способом очистки сточных вод является перевод фтористого натрия во фтористый кальций (по реакции с известковым молоком) с последующей, при необходимости, дополнительной обработкой сернокислым алюминием.

Разд. 2а. **(Введен дополнительно, Изм. № 2).**

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Правила приемки — по ГОСТ 3885—73.

2.2. Массовую долю сульфатов, железа, кремния и суммы свинца, меди и марганца изготовитель определяет в каждой 20-й партии.

(Введен дополнительно, Изм. № 3).

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

3.1а. Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025—86.

При проведении взвешивания применяют лабораторные весы общего назначения типов ВЛР-200 г и ВЛЭ-200 г или ВЛКТ-500 г-М.

Допускается применение других средств измерения с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также реактивов по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

3.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885—73. Масса средней пробы должна быть не менее 50 г.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

3.2. Определение массовой доли фтористого натрия

3.2.1. *Аппаратура, реактивы и растворы:*

колонка из фторопласта-4 по ГОСТ 10007—80 (или любого

другого материала, устойчивого к воздействию слабых растворов фтористого водорода) с внутренним диаметром 18—20 мм и рабочей высотой (105+5) мм, в верхней части колонки имеется расширение, в нижнюю вложена фторопластовая пластинка с отверстиями не более 0,4 мм.

бюретка вместимостью 50 $см^3$ с ценой деления 0,1 $см^3$;

капельница 1(2, 3)—50 ХС по ГОСТ 25336—82;

стаканы В-1—50,500(1000) ТХС по ГОСТ 25336—82;

стаканы вместимостью 100 $см^3$ и 300—500 $см^3$, изготовленные из фторопласта-4 по ГОСТ 10007—80 или полиэтилена;

сита с сеткой типа «В» (высокой точности) по ГОСТ 6613—86 с номинальным размером стороны ячейки от 0,4 до 1,0 мм;

термометр жидкостной стеклянный с диапазоном измерения температуры от 0 до 100 °С по ГОСТ 28498—90, ценой деления 0,2 °С и допускаемой погрешностью ±0,2 °С;

секундомер СОПр-2а-3—221;

цилиндр 1(3)—100(50) по ГОСТ 1770—74;

аммоний роданистый по ГОСТ 27067—86, раствор с массовой долей 30 %;

вода дистиллированная, не содержащая CO_2; готовят по ГОСТ 4517—87;

катионит марки КУ-2—8, 1-го сорта по ГОСТ 20298—74;

кислота азотная по ГОСТ 4461—77, раствор с массовой долей 25 %; готовят по ГОСТ 4517—87;

кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1:2;

метиловый оранжевый (пара-диметиламиноазобензолсульфокислый натрий) (индикатор) по ТУ 6—09—5171—84, раствор с массовой долей 0,1 %; готовят по ГОСТ 4919.1—77;

фенолфталеин (индикатор) по ТУ 6—09—5360—87, спиртовой раствор с массовой долей 1 %; готовят по ГОСТ 4919.1—77;

натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, раствор концентрации c ($NaOH$) = 0,1 моль/$дм^3$ (0,1 н.) готовят по ГОСТ 25794.1—83;

серебро азотно-кислое по ГОСТ 1277—75, раствор концентрации c ($AgNO_3$) = 0,1 моль/$дм^3$ (0,1 н.), готовят по ГОСТ 25794.3—83;

спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87 высшего сорта.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

3.2.2. *Подготовка к анализу*

3.2.2.1. *Подготовка катионита*

Катионит отсеивают от пыли и крупных частиц. Для анализа применяют фракции размером от 0,4 до 1,0 мм.

Для удаления минеральных примесей и переведения в водородную форму катионит помещают в стакан, заливают раствором соляной кислоты и выдерживают в течение 12 ч. Затем раствор сливают, катионит промывают несколько раз раствором соляной кислоты, нагретым до 50—60 °С, до отрицательной реакции на ион железа (проба с раствором роданистого аммония). Затем катионит полностью отмывают водой до отрицательной реакции на хлор-ион (проба с раствором азотно-кислого серебра). Отмытый катионит отсасывают на воронке Бюхнера и хранят в банке с притертой пробкой.

3.2.2.2. *Подготовка колонок*

Колонку заполняют водой, для чего нижний конец фторопластовой трубки погружают в воду, открывают зажим, закрывают колонку сверху пробкой, в которую вставлена стеклянная трубка, и через трубку засасывают воду. Необходимо добиться полного отсутствия пузырьков воздуха. Затем в колонку вносят небольшими порциями катионит до высоты столба (105±5) мм.

Перед пропусканием анализируемого раствора колонку промывают водой и проверяют реакцию промывных вод по метиловому оранжевому. Для этого в стакан вместимостью 50 см³ отбирают 25 см³ промывных вод, во второй такой же стакан 25 см³ дистиллированной воды, в оба стакана прибавляют по одной капле метилового оранжевого и перемешивают. Окраска растворов должна быть одинаковой.

Излишек воды спускают, оставляя над катионитом слой воды 7—10 мм. Необходимо следить, чтобы при работе в слое катионита не было пузырьков воздуха.

Масса катионита пригодна для 8—10 определений при концентрации раствора не выше 0,1 моль/дм³ фтористого натрия.

Отработанный катионит может быть использован повторно. Для этого его регенерируют многократной (7—8 раз) обработкой нагретым до 50—60 °С раствором соляной кислоты при перемешивании, затем тщательно промывают водой до отрицательной реакции на хлор-ион.

3.2.3. *Проведение анализа*

0,1200—0,1300 г препарата помещают в стакан вместимостью 100 см³, изготовленный из фторопласта или полиэтилена, растворяют в 50 см³ воды и перемешивают. Полученный раствор пропускают через колонку, наполненную катионитом скоростью потока 4—6 см³/мин. Катионит в колонке промывают 100 см³ воды с той же скоростью, предварительно ополаскивая этой водой стакан, в котором был растворен препарат, и палочку. Воду прибавляют в несколько приемов, приливая каждую новую порцию лишь

после того, как предыдущая пройдет через колонку и над катионитом останется слой воды в 7—10 мм. Раствор и промывные воды собирают в стакан вместимостью 300—350 см³, изготовленный из фторопласта или полиэтилена, прибавляют 5 капель раствора фенолфталеина и титруют из бюретки раствором гидроокиси натрия до появления устойчивой розовой окраски раствора.

3.2.2.2, 3.2.3. **(Измененная редакция, Изм. № 3).**

3.2.4. *Обработка результатов*

Массовую долю фтористого натрия (X) в процентах вычисляют по формулам:

$$X = \frac{V \cdot 0{,}004199 \cdot 100}{m},$$

$$X = \frac{V \cdot 0{,}004199 \cdot 100}{m} - X_2 \cdot 2{,}098,$$

где V — объем раствора гидроокиси натрия концентрации точно 0,1 моль/дм³, израсходованный на титрование, см³;

0,004199 — масса фтористого натрия, соответствующая 1 см³ раствора гидроокиси натрия концентрации точно 0,1 моль/дм³, г;

m — масса навески препарата, г;

X_2 — массовая доля кислоты (в пересчете на HF), определяемая по п. 3.4, %;

2,098 — коэффициент пересчета HF на NaF.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,3 %.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа +0,5 % при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

3.3. Определение массовой доли нерастворимых в воде веществ

3.3.1. *Реактивы, растворы, аппаратура и посуда*

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;

тигель фильтрующий платиновый по ГОСТ 6563—75, изделие 110—2 с фильтром из фильтровальной бумаги;

бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026—76, марки ФО — среднефильтрующий;

стакан В-1 — 250 ТХС по ГОСТ 25336—82;

цилиндр 1(3)—250 по ГОСТ 1770—74.

Электрошкаф сушильный лабораторный СНОЛ -3,5.3.5.3, 5/3, 5-И1 с номинальной температурой нагрева в рабочем прост-

ранстве 350 °С, точностью автоматического регулирования температуры в установившемся тепловом режиме ±2 °С.

3.3.2. *Проведение анализа*

5,00 г препарата помещают в стакан, растворяют в 200 см³ воды. Стакан накрывают часовым стеклом и выдерживают на водяной бане в течение 30 мин.

Затем горячий раствор фильтруют через тигель с бумажным фильтром, предварительно промытый 100 см³ горячей воды, высушенным до постоянной массы и взвешенный (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака). Остаток на фильтре промывают 100 см³ горячей воды и сушат в сушильном шкафу при 105—110 °С до постоянной массы.

Массовую долю нерастворимых в воде веществ (X_3) в процентах вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{m_1 \cdot 100}{m},$$

где m_1 — масса остатка после высушивания, г;

m — масса навески препарата, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,005 %.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа ±0,008 % при доверительной вероятности $P=0{,}95$.

3.3.1, 3.3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).**

3.4. Определение массовой доли кислоты (в пересчете на HF) или массовой доли щелочи (в пересчете на Na_2CO_3)

(Измененная редакция, Изм. № 3).

3.4.1. *Реактивы, растворы, аппаратура и посуда*

вода дистиллированная, не содержащая CO_2; готовят по ГОСТ 4517—87;

кислота соляная по ГОСТ 3118—77, раствор концентрации c (HCl) = 0,1 моль/дм³ (0,1 н.), готовят по ГОСТ 25794.1—83;

натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, раствор концентрации c (NaOH) = 0,1 моль/дм³ (0,1 н.), готовят по ГОСТ 25794.1—83;

феноловый красный (индикатор) по ТУ 6—09—5170—84, раствор готовят по ГОСТ 4919.1—77;

натрий фосфорно-кислый двузамещенный 12-водный по ГОСТ 4172—76;

калий фосфорно-кислый однозамещенный по ГОСТ 4198—75;

кальций хлористый по ТУ 6—09—4711—81;

смесь буферная с pH 7,0; готовят следующим образом: 11,876 г двузамещенного фосфорно-кислого натрия, предварительно перекристаллизованного из воды и высушенного в эксикаторе над хлористым кальцием до постоянной массы, растворяют в воде и доводят объем раствора водой до 1 дм³ раствор А;

9,078 г однозамещенного фосфорно-кислого калия, предварительно перекристаллизованного из воды и высушенного до постоянной массы при 100 °С, растворяют в воде и доводят объем раствора водой до 1 дм³ раствор Б, К 500 см³ раствора А прибавляют 400 см³ раствора Б, смесь перемешивают и проверяют pH на универсальном иономере со стеклянным электродом;

бюретка вместимостью 5 см³ с ценой деления 0,02 см³;

колба Кн-1—250—34 ТХС по ГОСТ 25336—82;

цилиндр 1(3)—100 по ГОСТ 1770—74;

стакан В-1—150 ТХС по ГОСТ 25336—82;

иономер универсальный ЭВ-74.

3.4.2. *Проведение анализа*

2,00 г препарата помещают в коническую колбу, растворяют в 100 см³ воды, прибавляют 5 капель раствора фенолового красного и перемешивают. Одновременно готовят раствор сравнения. Для этого в такую же коническую колбу помещают 100 см³ буферной смеси с pH 7,0, прибавляют 5 капель раствора фенолового красного и перемешивают. Если анализируемый раствор имеет розовую окраску, то его титруют из бюретки раствором соляной кислоты из бюретки до уравнивания окрасок анализируемого раствора и раствора сравнения (V).

Если анализируемый раствор имеет желтую окраску, то его титруют из бюретки раствором гидроокиси натрия до уравнивания окрасок анализируемого раствора и раствора сравнения (V_1).

Допускается точку эквивалентности фиксировать с помощью универсального иономера. При этом 2,00 г препарата помещают в стакан, растворяют в 100 см³ воды, измеряют pH анализируемого раствора. При pH раствора более 7,0 анализируемый раствор титруют из бюретки раствором соляной кислоты до pH, равного 7,0 (V). При pH раствора менее 7,0 анализируемый раствор титруют из бюретки раствором гидроокиси натрия до pH, равного 7,0 (V_1).

3.4.3. *Обработка результатов*

Массовую долю щелочи (в пересчете на Na_2CO_3) в препарате (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{V \cdot 0{,}0053 \cdot 100}{m},$$

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

m — масса навески препарата, г;

0,0053 — масса углекислого натрия, соответствующая 1 см³ раствора соляной кислоты концентрации точно 0,1 моль/дм³, г.

Массовую долю кислоты (в пересчете на HF) в препарате (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{V_1 \cdot 0{,}002006 \cdot 100}{m},$$

где V_1 — объем раствора гидроокиси натрия концентрации точно 0,1 моль/дм³, израсходованный на титрование, см³;

m — масса навески препарата, г;

0,002006 — масса фтористого водорода, соответствующая 1 см³ раствора гидроокиси натрия концентрации точно 0,1 моль/дм³, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,01 %.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа ±0,005 % при доверительной вероятности P=0,95.

3.5. Определение массовой доли сульфатов — по ГОСТ 10671.5—74.

При этом 1,00 г препарата, взвешенного в платиновой чашке, растворяют в 5 см³ раствора соляной кислоты с массовой долей 25 % и 5 см³ воды, тщательно перемешивают содержимое чашки до растворения и выпаривают на водяной бане досуха. Сухой остаток вторично обрабатывают 3 см³ раствора соляной кислоты, выпаривают на водяной бане досуха.

Затем сухой остаток растворяют в 20 см³ раствора борной кислоты (х. ч. по ГОСТ 9656—75) с массовой долей 3 % и 20 см³ воды. К раствору прибавляют 1 каплю раствора *п*-нитрофенола с массовой долей 0,2 % (готовят по ГОСТ 4919.1—77) и нейтрализуют раствором аммиака (х. ч. по ГОСТ 3760—79) с массовой долей 10 % до появления желтой окраски. При необходимости раствор фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента», трижды промытый горячей водой, собирая фильтрат в мерную колбу вместимостью 50 см³. Чашку и фильтр смывают водой, собирая фильтрат в ту же колбу, объем раствора доводят водой до метки и перемешивают.

Для проведения анализа 25 см³ полученного раствора (соответствует 0,5 г препарата) помещают пипеткой в коническую колбу вместимостью 100 см³ и далее определение проводят фо-

тотурбидиметрическим или визуально-колориметрическим методом (способ 1).

Контрольный раствор готовят так же одновременно с анализируемым таким же образом и с теми же количествами реактивов.

В растворы сравнения дополнительно прибавляют по 10 см³ раствора борной кислоты

При визуально-нефелометрическом определении препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса сульфатов не будет превышать:

для препарата чистый для анализа — 0,05 мг;

для препарата чистый — 0,10 мг.

При фототурбидиметрическом определении за результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 20 %.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ±30 % при доверительной вероятности 0,95.

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

3.6. Определение массовой доли хлоридов — по ГОСТ 10671.7—74.

1,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 50 см³ и растворяют при тщательном перемешивании в 20 см³ раствора борной кислоты (х. ч. по ГОСТ 9656—75) с массовой долей 3 %, 10 см³ воды и 5 см³ раствора азотной кислоты с массовой долей 25 %. При необходимости раствор фильтруют в мерную колбу вместимостью 50 см³ при фототурбидиметрическом методе или в коническую колбу с меткой на 40 см³ при визуально-*нефелометрическом методе через обеззоленный фильтр «синяя* лента», который предварительно промывают горячим раствором азотной кислоты с массовой долей 1 %. Коническую колбу смывают 7—8 см³ воды, которую фильтруют через тот же фильтр в ту же мерную колбу и далее определение проводят фототурбидиметрическим (способ 2) или визуально-нефелометрическим (способ 2) методом, не добавляя азотную кислоту.

В контрольный раствор и растворы сравнения прибавляют по 20 см³ раствора борной кислоты.

При визуально-нефелометрическом определении препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса хлоридов не будет превышать:

для препарата чистый для анализа — 0,020 мг;

для препарата чистый — 0,030 мг.

При фототурбидиметрическом определении за результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 15 %.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ±20 % при доверительной вероятности 0,95.

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

3.4.1—3.6. **(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).**

3.7. Определение массовой доли суммы железа, кремния, свинца, меди и марганца

(Измененная редакция, Изм. № 3).

3.7.1. *Приборы, реактивы, растворы и посуда:*

спектрограф кварцевый типа ИСП-28 или ИСП-30 с трехлинзовой системой освещения щели и трехступенчатым ослабителем;

генератор дуги ДГ-2 для поджига дуги постоянного тока, универсальный генератор УГЭ-4 и генератор типа ИВС-23 для обжига электродов;

спектропроектор типа СПП-2 или ПС-18;

микрофотометр типа МФ-4 или ИФО-451;

прибор ИС для измельчения и перемешивания веществ, обеспечивающий не менее 10 колебаний в секунду с комплектом контейнеров диаметром 35 мм, высотой 70 мм и шариков из органического стекла диаметром 10 мм;

бюксы из фторопласта или полиэтилена;

ступка и пестик из органического стекла;

бумага — калька;

пластинки фотографические спектрографические типа ПФС-01 чувствительностью 3—6 относительных единиц по НТД или пластинки фотографические репродукционные штриховые технические ПФРШ-01Т;

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

графит порошковый по ГОСТ 23463—79, ос. ч. 8—4;

железа (III) оксид ос. ч. 2—4 по ТУ 6—09—1418—78;

марганец (III) оксид ос. ч. 11—2 по ТУ 6—09—3364—78;

медь (II) оксид по ГОСТ 16539—79;

свинец (II) оксид по ТУ 6—09—5382—88;

кремний двуокись ос. ч. 12—4 по ТУ 6—09—3379—79;

натрий фтористый, не содержащий примесей определяемых элементов или с минимальным их содержанием; определяют ме-

тодом добавок в условиях данной методики и учитывают при построении градуировочных графиков;

источник постоянного тока мощностью не менее 5 кВт на выходное напряжение 220—300 В (динамомашина, ртутный, селеновый и другие выпрямители);

Фиксаж быстродействующий; готовят следующим образом: 500 г серноватистокислого натрия и 100 г хлористого аммония растворяют в воде, доводят объем раствора водой до 2 $дм^3$, перемешивают, и, если раствор мутный, фильтруют.

Проявляющий, фиксирующий растворы и режим химико-фотографической обработки пластинок выбирают согласно НТД на пластинки фотографические спектрографические ПФС в зависимости от их типа.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

3.7.2 *Подготовка к анализу*

3.7.2.1. *Приготовление образцов сравнения для построения градуировочных графиков*

Основной образец сравнения с массовой долей 1% железа, 3% кремния и по 0,3% свинца, меди, марганца готовят перемешиванием 0,0429 г оксида железа (III), 0,1926 г двуокиси кремния, 0,0096 г оксида свинца (II), 0,0113 г оксида меди (II), 0,0130 г оксида марганца (III) и 2,731 г фтористого натрия. Оксиды взвешивают на кальке.

Перемешивание осуществляют следующим образом: вначале в ступке в течение 15 мин перетирают оксиды и 1 г фтористого натрия, затем смесь и остальной фтористый натрий помещают в контейнер с пятью шариками и перемешивают на приборе ИС в течение 15 мин.

Образцы сравнения I, II, III с меньшим содержанием примесей готовят разбавлением основного и I образца сравнения фтористым натрием в соответствии с таблицей.

Перемешивание образца сравнения осуществляют на приборе ИС, как указано выше.

Рабочие образцы сравнения 1, 2, 3 для построения градуировочных графиков готовят перемешиванием 2,00 г каждого из образцов I, II, III с 2,00 г порошкового графита в контейнерах на приборе ИС с пятью шариками в течение 10 мин.

Готовые рабочие образцы сравнения хранят в бюксах.

3.7.2.2. *Приготовление анализируемой пробы*

1,50 г препарата измельчают и перемешивают с 1,50 г порошкового графита в контейнерах на приборе ИС с пятью шариками в течение 15 мин.

3.7.2.3. *Условия анализа*

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

Номер образца сравнения	Массовая доля примесей, %					Масса разбавляемого образца, сравнения, г	Масса фтористого натрия, г	Время перемешивания, мин
	Железо Fe	Кремний Si	Свинец Pb	Медь Cu	Марганец Mn			
I	0,01	0,03	0,003	0,003	0,003	0,050 г основного образца сравнения	4,950	25
II	0,003	0,01	0,001	0,001	0,001	1,200 г образца сравнения I	2,400	18
III	0,001	0,003	0,0003	0,0003	0,0003	4,000 г образца сравнения I	3,600	20

Сила тока, А	— 10
Ширина щели спектрографа, мм	— 0,02
Дуговой промежуток (диафрагма), мм	— 5
Напряжение, В	— 220
Экспозиция, с	— 50

3.7.3. *Проведение анализа*

Перед анализом электроды обжигают в дуге переменного тока или искре при силе тока 12 А в течение 15 с.

Анализируемую пробу и рабочие образцы сравнения 1, 2, 3 помещают в кратеры электродов, набивая каждым по три электрода, зажигают дугу и снимают спектрограмму. Спектры анализируемой пробы и образцов сравнения снимают на одной фотопластинке не менее трех раз.

3.7.4 *Обработка результатов*

Фотопластинку со снятыми спектрами проявляют, промывают в проточной воде, фиксируют в течение 3 мин, снова тщательно промывают в проточной воде и высушивают на воздухе. Затем

фотометрируют на микрофотометре, пользуясь логарифмической шкалой; аналитические линии определяемых элементов и соседнего с линиями фона (нм):

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

Для каждой аналитической пары вычисляют разность почернений ΔS:

$$\Delta S = S_{л+ф} - S_{ф},$$

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

$S_{ф}$ — почернение фона.

По трем значениям разности почернений определяют среднее арифметическое значение $\Delta S'$ для каждого из рабочих образцов сравнения 1, 2, 3 и анализируемой пробы. По значениям $\Delta S'$ образцов и значениям концентраций элементов в образцах строят градуировочный график для каждого элемента, откладывая по оси абсцисс логарифмы концентраций, а по оси ординат — соответствующие им средние арифметические значения разности почернений $\Delta S'$.

Массовую долю каждой примеси в анализируемой пробе находят по графику.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов трех параллельных определений, абсолютное расхождение между наиболее отличающимися значениями которых не превышает допускаемое расхождение, равное для железа 0,002 %, для кремния 0,008 %, для свинца, меди и марганца по 0,0009 %.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа ±0,00085 % для железа, ±0,0035 % для кремния и ±0,00075 % для суммы свинца, меди и марганца.

3.7.2.1—3.7.4. **(Измененная редакция, Изм. № 3).**

3.8. **(Исключен, Изм. № 1).**

4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

4.1. Препарат упаковывают и маркируют в соответствии с требованиями ГОСТ 3885—73.

Вид и тип тары 2—9 и 11—1.

Группа фасовки: III, IV, V, VI и VII.

Транспортная маркировка — по ГОСТ 14192—77. На тару наносят знак опасности по ГОСТ 19433—88 (класс опасности 6,

подкласс 6.1, черт. 6б, классификационный шифр 6163) и серийный номер ООН 1690.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

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

4.3. Препарат хранят в упаковке изготовителя в крытых складских помещениях.

5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

5.1. Изготовитель гарантирует соответствие фтористого натрия требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

5.2. Гарантийный срок хранения — три года со дня изготовления.

Разд. 5. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

Разд. 6. **(Исключен, Изм. № 2).**

ПРИЛОЖЕНИЕ 1
Обязательное

МС ИСО 6353/3—87 «Реактивы для химического анализа. Часть 3: Технические условия — Вторая серия»

Р.88 Фторид натрия NaF

Удельная масса молекулы 41,99

Р 88 1 Техническое описание

Массовая доля (NaF), %, не менее	99
Массовая доля веществ нерастворимых в воде, %, не более	0,02
Кислотность (выражена в миллимолях H^+), не более	2,5/100 г
Щелочность (выражена в миллимолях OH^-), не более	2/100 г
Массовая доля хлоридов, %, не более	0,003
Массовая доля гексафторосиликата (SiF_6), %, не более	0,01
Массовая доля сульфатов (SO_4), %, не более	0,01
Массовая доля тяжелые металлы (Pb), %, не более	0,001
Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,002
Массовая доля потерь при высушивании, %, не более	0,3

Р 88 2 Приготовление испытуемого и эталонного растворов

Р 88 2 1 *Испытуемый раствор*

В платиновой чашке к 7 г продукта добавляют 10 см³ соляной кислоты и выпаривают на водяной бане досуха Повторяют эту процедуру трижды, затем растворяют остаток в воде, разбавляют до 50 см³ (при необходимости раствор фильтруют)

Р 88 2 2 *Эталонный раствор*

В платиновой чашке к 2 г продукта добавляют 5 см³ сульфатного раствора сравнения I (5 см³ ≙ 0,01 % SO_4) и далее следует поступать, так же как описано в п Р 88 2 1, используя такое же количество реагентов

Р 88 3 Проведение анализа

Р 88 3 1. *Определение массовой доли основного вещества* (NaF)

Около 0,15 г продукта взвешивают с погрешностью 0,0001 г, растворяют в 25 см³ воды Полученный раствор пропускают через ионообменную колонну (диаметр колонны около 15 мм), загруженную приблизительно на высоту 30 см³ катионообменным полимером «Амберлит 1 (H^+), предварительно промытым водой до состояния, когда промывающий раствор становится нейтральным. Промывают водой и собирают элюат и промывной раствор в полиэтиленовый химический стакан Проводят титрование с помощью титрованного раствора гидроокиси натрия концентрации точно *c* (NaOH) = 0,1 моль/дм³ в присутствии раствора фенолфталеина

1,00 см³ раствора гидроокиси натрия *c* (NaOH) = 0,1 моль/дм³, соответствует 0,0042 г NaF

Раствор фенолфталеина готовят растворением 2,5 г фенолфталеина в 250 см³ этанола с массовой долей 95 %

Р 88 3 2 *Определение массовой доли веществ, нерастворимых в воде*

Анализ проводят по ОМ 1* из навески 10 г

Масса остатка не должна превышать 2 мг

Р.88 3 3 *Определение кислотности и щелочности*

Растворяют 2 г образца в 60 см³ (в платиновой чашке), добавляют 10 см³ раствора азотнокислого калия с массовой долей 30 % и 0,3 см³ раствора фенолфталеина (п Р 88 3 1), охлаждают до 0 °С

Если раствор окажется бесцветным, то проводят титрование с помощью раствора гидроокиси натрия концентрации точно *с* (NaOH) = 0,1 моль/дм³, пока розовая окраска не окажется стабильной в течение 15 с Объем раствора гидроокиси натрия не должен превышать 0,5 см³

Если исходный раствор будет иметь розовую окраску, проводят титрование с помощью раствора соляной кислоты концентрации точно *с* (HCl) = = 0,1 моль/дм³, пока раствор не станет бесцветным Объем раствора соляной кислоты не должен превышать 0 4 см³

Полученный раствор используют для анализа по п Р 88 3 5

Р 88 3.4 *Определение массовой доли хлоридов*

Растворяют 0,5 г продукта в 20 см³ воды, добавляют 0,2 г борной кислоты и далее определение проводят по ОМ 2*

Готовят раствор сравнения, используя 1,5 см³ хлоридного раствора сравнения II (1,5 см³ ≙ 0,003 % Cl)

Р88.3.5. *Определение массовой доли гексафторосиликата*

Раствор, полученный по п Р 88 3.3, доводят до кипения Если раствор бесцветный, проводят титрование с помощью раствора гидроокиси натрия концентрации точно *с* (NaOH) = 0,1 моль/дм³ до стабильной розовой окраски

1,00 см³ раствора гидроокиси натрия с (NaOH) = 0,1 моль/дм³ соответствует 0,00355 г

Объем гидроокиси натрия раствора не должен превышать 0,55 см³

Р 88 3 6 *Определение массовой доли сульфатов*

Берут 20 см³ испытуемого раствора (п Р 88 2 1) и далее определение проводят по ОМ 3*

Готовят раствор сравнения, используя 20 см³ эталонного раствора (п Р 88 2 2)

Р 88 3 7 *Определение массовой доли тяжелых металлов*

Растворяют 2 г продукта в 55 см³ воды, нагревая в платиновой чашке Помещают полученный раствор в полиэтиленовый химический стакан, доводят pH до интервала 3—4 с помощью уксусной кислоты и разбавляют до 60 см³ (раствор А)

Берут 40 см³ раствора А и далее определение проводят по ОМ 7*

Готовят раствор сравнения, используя 10 см³ раствора А и 1 см³ раствора сравнения II (1 см³ ≙ 0,001 % Pb)

Р 88 3 8 Определение массовой доли железа

Берут 10 см³ испытуемого раствора (п Р 88 2 1) и далее определение проводят по ОМ 8.1*

Готовят раствор сравнения используя 1 см³ раствора сравнения I (1 см³ ≙ ≙ 0,002 % Fe)

Р 88 3 9 *Определение массовой доли потерь после высушивания*

Проводят обеззоливание 2 г продукта при 150 °С до получения постоянной массы

Масса потерь при высушивании не должна превышать 6 мг

---

* Общие методы анализа (ОМ) по МС ИСО 6353/1—82

ПРИЛОЖЕНИЕ 2
Обязательное

МС ИСО 6353/1—82 «РЕАКТИВЫ ДЛЯ ХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА Часть 1. Общие методы испытаний»

5.1 Нерастворимые в воде вещества (ОМ 1)

Растворяют указанную навеску настолько полно, насколько это возможно, в подходящем объеме кипящей воды, охлаждают и фильтруют через стеклянный пористый фильтр № 4((диаметр ПОР 16—4С мм), предварительно высушенный в течение 1 ч при (1С5+2) °С, охлажденный в эксикаторе и взвешенный с точностью до 0,1 мг. Осадок промывают водой, сушат в течение 1 ч при (105+2) °С, охлаждают в эксикаторе и затем вновь взвешивают с точностью 0,1 мг Разность взвешиваний дает массу остатка

5.2. Определение массовой доли хлоридов (ОМ 2)

Указанный объем испытуемого раствора подкисляют 1 см³ раствора азотной кислоты с массовой долей 25 % и прибавляют 1 см³ азотнокислого серебра с массовой долей приблизительно 1,7 %. Через 2 мин опалесценцию испытуемого раствора сравнивают с опалесценцией раствора сравнения

5 3. Определение массовой доли сульфатов (ОМ 3)

),25 см³ раствора сернокислого калия с массовой долей 0,32 % в этиловом спирте с объемной долей 20 % смешивают с 1 см³ раствора хлористого бария с массовой долей 25 %. Ровно через 1 мин к этой смеси добавляют указанный объем испытуемого раствора, предварительно подкисленного 0,5 см³ раствора соляной кислоты с массовой долей 20 % Через 5 мин опалесценцию испытуемого раствора сравнивают с опалесценцией раствора сравнения.

5 7 Определение массовой доли тяжелых металлов (Pb) (ОМ 7)

Прибавляют 0,2 см³ раствора уксусной кислоты с массовой долей 30 % к указанному объему испытуемого раствора и насыщают его сероводородом или используют подходящий объем сероводородной воды.

Сравнивают коричневую окраску анализируемого раствора и раствора сравнения.

5 8 1. *Определение железа (ОМ 8.1)*

Метод с использованием 1,10 фенатролина (ОМ 8 1) и ГОСТ 10555—75 Приложения 1, 2. **(Введены дополнительно, Изм. № 3).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

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

РАЗРАБОТЧИКИ

С А. Назаров, В П Лопаткина, З. Е. Северюхина, Л Ф. Волковая, Л. Ф. Булгакова, Г В Грязнов, В. Г Брудзь, И Л. Ротенберг, Е Н. Яковлева, Н. Д. Печникова, Л. В Кидиярова, Т. К. Палдина

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 06.07 76 № 1661

3 Срок проверки — 1996 г. Периодичность проверки — 5 лет

4 Стандарт предусматривает прямое применение раздела 88 (Р. 88) международного стандарта МС ИСО 6353/3—87 «Реактивы для химического анализа». Часть 3: Технические условия — Вторая серия», МС ИСО 6353/1—82 «Реактивы для химического анализа. Часть 1 Общие методы испытаний»

5. **ВЗАМЕН** ГОСТ 4463—66

6. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта подпункта
ГОСТ 12 1 005—88	2а 1	ГОСТ 6613—86	3 2 1
ГОСТ 1277—75	3 2 1	ГОСТ 6709—72	3 3 1, 3 7 1
ГОСТ 1770—74	3.2 1, 3 3 1, 3 4 1	ГОСТ 9656—75	3 5, 3 6
ГОСТ 3118—77	3.2.1, 3 4 1	ГОСТ 10007—80	3 2 1
ГОСТ 3760—79	3 5	ГОСТ 10671 5—74	3 5
ГОСТ 3885—73	2 1, 3 1 4 1	ГОСТ 10671 7—74	3 6
ГОСТ 4172—76	3 4 1	ГОСТ 14192—77	4 1
ГОСТ 4198—75	3 4 1	ГОСТ 16539—79	3 7 1
ГОСТ 4328—77	3 2 1, 3 4 1	ГОСТ 18300—87	3 2 1
ГОСТ 4461—77	3 2 1	ГОСТ 19433—88	4 1
ГОСТ 4517—87	3 2 1, 3 4 1	ГОСТ 20298—74	3 2 1
ГОСТ 4919 1—77	3 2 1, 3 4 1, 3 5	ГОСТ 23463—79	3 7 1
ГОСТ 6563—75	3 3 1	ГОСТ 25336—82	3 2 1 3 3 1, 3 4 1

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 25794.1—83	3.2.1, 3.4.1	ТУ 6-09-5170—84	3.4.1
ГОСТ 25794.3—83	3.2.1	ТУ 6-09-5171—84	3.2.1
ГОСТ 27025—86	3.1а	ТУ 6-09-5360—87	3.2.1
ГОСТ 27067—86	3.2.1	ТУ 6-09-5382—88	3.7.1
ГОСТ 27068—86	3.2.1	ТУ 6-09-1418—78	3.7.1
ГОСТ 28498—90	3.2.1	ТУ 6-09-3364—78	3.7.1
ТУ 6—09—4711—81	3.1	ТУ 6-09-3379—79	3.7.1

7 Ограничение срока действия снято Постановлением Госстандарта СССР от 25.09.91 № 1498

8. ПЕРЕИЗДАНИЕ (апрель 1993 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в ноябре 1980 г., в октябре 1986 г., сентябре 1991 г. (ИУС 1—82, 1—87, 12—91)

Редактор *Л. Д. Курочкина*
Технический редактор *В Н. Прусакова*
Корректор *Т. А. Васильева*

Сдано в набор 28 05 93 Подп в печ 28 07.93 Усл печ л 1 4 Усл кр.-отт. 1,4.
Уч изд л 1,27 Тир 2260 экз С 397

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, ГСП,
Новопресненский пер , 3
Калужская типография стандартов, ул Московская, 256 Зак 1262

gost.e-ecolog.ru