ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

СТРОНЦИЙ УГЛЕКИСЛЫЙ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 2821—75

Издание официальное

БЗ 1—96

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 661.843.622:006.354 Группа Л14

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СТРОНЦИЙ УГЛЕКИСЛЫЙ

Технические условия

Strontium carbonate. Specifications

ГОСТ 2821—75

ОКП 17 1752

Дата введения 01.01.76

Настоящий стандарт распространяется на углекислый стронций, предназначенный для производства стекла, используемого в электронной промышленности, хрусталя, керамики и других целей.

Формула: $SrCO_3$.

Молекулярная масса (по международным атомным массам 1971 г.). — 147,628.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1.2. Углекислый стронций выпускают трех марок:

Ст УГ-ЦТ, Ст УГ — гранулированный, для производства электровакуумного стекла;

Ст УП — порошкообразный, для производства керамики, хрусталя и для металлургических целей.

1.3. По физико-химическим показателям углекислый стронций должен соответствовать нормам, указанным в табл. 1.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

★

© Издательство стандартов, 1975
© ИПК Издательство стандартов, 1997
Переиздание с изменениями

Таблица 1

Наименование показателя	Норма для марки		
	Ст УГ-ЦТ ОКП 17 1752 0101	Ст УГ ОКП 17 1752 0022	Ст УП ОКП 17 1752 0021
1. Массовая доля углекислого стронция, %, не менее	95—96	95	95
2. Массовая доля углекислого кальция, %	1,5—2,7	1,5—2,7	1—3
3. Массовая доля углекислого бария, %, не более	1,5	1,5	Не нормируется
4. Массовая доля натрия в пересчете на Na_2CO_3, %, не более	1,0	1,2	1,0
5. Массовая доля железа в пересчете на Fe_2O_3, %, не более	0,01	0,015	0,02
6. Массовая доля серы в пересчете на SO_3, %, не более	0,2	0,2	0,2
7. Массовая доля остатка, не растворимого в соляной кислоте, %, не более	0,25	0,25	0,25
8. Массовая доля влаги, %, не более	0,3	0,3	0,5
9. Остаток при просеве на сетке по ГОСТ 6613—86:			
№ 1, 6	Отсутствие	Отсутствие	Отсутствие
№ 1, 25, %, не более	1	Не нормируется	Не нормируется
№ 08, %, не более	5	То же	То же
10. Массовая доля продукта, прошедшего через сетку № 01, %, не более	20	20	»
11. Массовая доля хлоридов в пересчете на хлор-ион, %, не более	0,015	0,05	0,12
12. Массовая доля фосфора в пересчете на P_2O_5, %, не более	0,01	0,01	Не нормируется
13. Насыпная масса, г/см^3, не менее	1,8	1,8	Не нормируется
14. Магнитные включения размером более 250 мкм при напряженности магнитного поля не менее $1{,}2 \cdot 10^6$ А/м (15000 эрстед)	Отсутствие	Отсутствие	Не нормируется

Примечания:

1. Допускается по согласованию с потребителем изготовлять углекислый стронций марки СтУГ с массовой долей углекислого кальция менее 1,5 %.

2. Массовую долю углекислого стронция и хлор-ионов допускается определять по методикам, изложенным в приложениях 1 и 2 настоящего стандарта.

В случае разногласий в оценке результатов анализа арбитражными являются методы, изложенные в ГОСТ 2821, разд. 3.

1.2; 1.3. **(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).**

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Приемка углекислого стронция производится партиями. Партией считают количество продукта, однородного по своим качественным показателям, массой не менее 40 т, при повагонной отгрузке и не менее 5 т — мелкими оправками, сопровождаемого одним документом о качестве.

Документ о качестве должен содержать:

наименование предприятия-изготовителя или его товарный знак;

наименование продукции или ее шифр и марку;

номер партии и количество мест в партии;

дату изготовления;

массу нетто;

результаты проведенных испытаний;

обозначение настоящего стандарта.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2.2. Для проверки качества углекислого стронция отбирают 10 % единиц упаковки.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.3. При получении неудовлетворительных результатов анализа хотя бы по одному из показателей проводят повторный анализ пробы, отобранной от удвоенного количества единиц упаковки той же партии. Результаты повторного анализа распространяются на всю партию.

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

3.1. Точечную пробу углекислого стронция отбирают щупом из нержавеющей стали, погружая его по вертикальной оси на $^3/_4$ глубины единицы упаковки. Масса точечной пробы не должна быть менее 100 г.

Допускается применение других способов пробоотбора, обеспечивающих представительность отобранных проб, предназначенных

для сыпучих порошкообразных материалов, в том числе механизированных, с непрерывным или дискретным пробоотбором непосредственно в процессе формирования партии.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.2. Отобранные точечные пробы объединяют, тщательно перемешивают и сокращают до получения средней пробы массой 400 г. Среднюю пробу помещают в двойной полиэтиленовый пакет, который заваривают или плотно завязывают. Между слоями пакета вкладывают этикетку, на которой указывают: наименование продукции или ее шифр, номер партии, дату изготовления.

3.3. **(Исключен, Изм. № 2).**

3.4. Определение массовой доли углекислого стронция

3.4.1. *Аппаратура, реактивы и растворы:*

весы лабораторные по ГОСТ 24104 или другого типа, не уступающие им по точности;

кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:3;

аммиак водный по ГОСТ 3760;

эриохром черный Т;

натрий хлористый по ГОСТ 4233;

индикаторная смесь; готовят смешиванием эриохрома черного Т с хлористым натрием в соотношении 1:100;

аммоний хлористый по ГОСТ 3773;

метиловый оранжевый (индикатор);

буферный раствор с pH 10; готовят следующим образом: 54 г хлористого аммония растворяют в 200 $см^3$ воды, к полученному раствору прибавляют 350 $см^3$ раствора аммиака и доводят объем раствора водой до 1000 $см^3$;

медь сернокислая безводная;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709;

магний азотнокислый по ГОСТ 11088, раствор $c\ (Mg(NO_3)_2) = 0{,}05$ моль/$дм^3$;

комплексонат магния; готовят следующим образом: 20 $см^3$ раствора азотнокислого магния, 20 $см^3$ буферного раствора, около 0,1 г индикаторной смеси, 60 $см^3$ воды перемешивают и титруют трилоном Б до перехода красной окраски раствора в синюю;

спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300;

спирт абсолютный; готовят следующим образом: две массовые части 96 %-ного ректификованного этилового спирта и одну массовую часть прокаленной сернокислой меди помещают в сухую колбу, выдерживают в течение 2 суток, затем отгоняют спирт на водяной бане при 78 °С;

эфир этиловый;

эфир этиловый абсолютный; готовят следующим образом: две массовые части этилового эфира и одну массовую часть прокаленной сернокислой меди помещают в сухую колбу, выдерживают в течение 2 суток, затем отгоняют эфир на водяной бане при 35 °С;

спиртоэфирная смесь; готовят смешиванием 100 см^3 абсолютного спирта со 100 см^3 абсолютного эфира;

триэтаноламин, 20 %-ный раствор;

цинк металлический гранулированный;

раствор хлористого цинка 0,05 моль/дм^3; готовят следующим образом: 3,269 г металлического цинка, взвешенного с погрешностью не более 0,0002 г, растворяют в 10 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1, сначала на холоду, затем слабо нагревают до полного растворения. Полученный раствор упаривают на водяной бане до сиропообразного состояния. Остаток растворяют в воде. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят водой до метки и перемешивают;

соль динатриевая этилендиамин-N,N,N′N′-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, растворы c = 0,05 моль/дм^3 и c = 0,1 моль/дм^3. Титр раствора трилона Б устанавливают следующим образом: в коническую колбу вместимостью 250 см^3 отбирают пипеткой 10 см^3 раствора хлористого цинка, 0,05 моль/дм^3, прибавляют около 80 см^3 воды, 1—2 капли метилового оранжевого и нейтрализуют буферным раствором, приливая его по каплям, после этого добавляют 10 см^3 буферного раствора, индикатора эриохрома черного Т (около 0,1 г) и титруют раствором трилона Б до перехода окраски раствора от красной к синей.

Поправочный коэффициент на титр раствора трилона Б (K) вычисляют по формуле

$$K = \frac{V_1}{V_2},$$

где V_1 — объем раствора хлористого цинка, взятый на титрование, см^3;

V_2 — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см^3.

Титр раствора трилона Б (T) по углекислому стронцию в г/см^3 вычисляют по формуле

$$T = 0{,}00738\ K,$$

где 0,00738 — количество углекислого стронция, соответствующее 1 см^3 раствора трилона Б c = 0,1 моль/дм^3, г.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.4.2. *Проведение анализа*

1,000 г углекислого стронция, предварительно высушенного при 105—110 °С до постоянной массы, помещают в стакан вместимостью 200 см^3, растворяют в минимальном количестве азотной кислоты и выпаривают досуха. По охлаждении наливают в колбу 20 см^3 абсолютированного спирта и 20 см^3 абсолютированного эфира. Содержимое тщательно перемешивают, стакан закрывают стеклом и оставляют на 1—2 ч. Отстоявшуюся прозрачную жидкость фильтруют через плотный обеззоленный фильтр, предварительно смоченный спирто-эфирной смесью, не перенося осадок на фильтр. Промывают осадок в стакане (пять раз по 5 см^3) спирто-эфирной смесью. Фильтрат сохраняют для определения углекислого кальция в соответствии с п. 3.4.4. Осадок с фильтра и из стакана, где проводилась обработка пробы спирто-эфирной смесью, переносят, смывая в мерную колбу вместимостью 250 см^3. Объем доводят до метки водой и перемешивают. 25 см^3 полученного раствора пипеткой переносят в коническую колбу вместимостью 150—250 см^3, приливают 20 см^3 буферного раствора, 20 см^3 комплексоната магния, 5 см^3 триэтаноламина, около 0,1 г индикаторной смеси и титруют раствором трилона Б до перехода красного цвета раствора в синий.

3.4.3. *Обработка результатов*

Массовую долю углекислого стронция (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{V_1 \cdot 0{,}00738 \cdot 100 \cdot 250}{m \cdot 25} - X_6 \cdot 0{,}748 ,$$

где V_1 — объем точно 0,05 моль/дм^3 раствора трилона Б, израсходованного на титрование углекислого стронция, см^3;

m — масса навески продукта, г;

0,00738— масса углекислого стронция, соответствующая 1 см^3 точно 0,05 моль/дм^3 раствора трилона Б, г;

X_6 — массовая доля углекислого бария, %;

0,748 — коэффициент пересчета углекислого бария на углекислый стронций.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,6 %.

3.4.4. *Определение массовой доли углекислого кальция*

Фильтрат в соответствии с п. 3.4.2 упаривают на водяной бане досуха. Сухой остаток растворяют в 20 см^3 дистиллированной воды, прибавляют 20 см^3 буферной смеси, 20 см^3 комплексоната магния,

около 0,1 г индикаторной смеси и титруют 0,05 моль/дм^3 раствором трилона Б до перехода красной окраски раствора в синюю.

3.4.5. *Обработка результатов*

Массовую долю углекислого кальция (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{V_2 \cdot 0{,}005 \cdot 100}{m},$$

где V_2 — объем точно 0,05 моль/дм^3 раствора трилона Б, израсходованного на титрование углекислого кальция, см^3;

m — масса навески продукта, г;

0,005 — масса углекислого кальция, соответствующая 1 см^3 точно 0,05 моль/дм^3 раствора трилона Б, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемое расхождение (P = 0,95) между которыми не должно превышать 15 %.

3.5. Атомно-абсорбционное определение массовых долей углекислых кальция, бария и натрия

3.5.1. *Аппаратура, реактивы и растворы:*

спектрофотометр атомно-абсорбционный С-115М или С-302, или аналогичный прибор, работающий в эмиссионном и атомно-абсорбционном режиме;

весы лабораторные по ГОСТ 24104 или другого типа, не уступающие им по точности;

весы технические;

плитка электрическая;

шкаф сушильный с терморегулятором;

ацетилен в баллонах технический по ГОСТ 5457;

азота закись;

колбы мерные вместимостью 50, 100, 200, 250 и 1000 см^3;

пипетки 2—2—5, 2—2—10, 2—2—25 по НТД;

колба коническая КН-250—50;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709;

кислота соляная по ГОСТ 3118, ч. д. а., разбавленная 1:1;

кальций углекислый по ГОСТ 4530, х. ч., ч. д. а.;

натрий хлористый по ГОСТ 4233, х. ч.;

барий углекислый по ГОСТ 4158;

калий хлористый по ГОСТ 4234, х. ч.;

стронций хлористый 6-водный по ГОСТ 4140;

раствор, содержащий 1 мг/см^3 углекислого натрия и 4 мг/см^3 углекислого кальция; готовят следующим образом: 0,221 г хлористого

натрия (соответствует 0,200 г углекислого натрия) растворяют в дистиллированной воде, 0,8 г углекислого кальция растворяют в соляной кислоте, разбавленной 1:1, полученные растворы переносят в мерную колбу вместимостью 200 $см^3$ и доводят объем водой до метки (раствор Б);

раствор, содержащий 0,02 $мг/см^3$ углекислого натрия и 0,08 $мг/см^3$ углекислого кальция; готовят следующим образом: 1 $см^3$ раствора Б помещают в колбу вместимостью 50 $см^3$, доводят водой объем раствора до метки и тщательно перемешивают (раствор В);

раствор, содержащий 1 $мг/см^3$ углекислого бария; готовят следующим образом: 0,100 г углекислого бария, предварительно высушенного до постоянной массы при 110—115 °С, помещают в стакан вместимостью 250 $см^3$, смачивают водой и растворяют в 10 $см^3$ соляной кислоты, разбавленной 1:3. Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доливают водой до метки и перемешивают (раствор Г);

раствор, содержащий 10 $мг/см^3$ углекислого стронция; готовят следующим образом: 1,8056 г стронция хлористого 6-водного помещают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, приливают 1 $см^3$ соляной кислоты, объем доводят дистиллированной водой до метки (раствор Д);

этот раствор можно готовить из углекислого стронция, чистого по определяемым примесям; для этого 1,000 г углекислого стронция, предварительно высушенного при 105—110 °С до постоянной массы, помещают в стакан вместимостью 200 $см^3$, смачивают 10—15 $см^3$ дистиллированной воды, приливают 10—15 $см^3$ соляной кислоты (1:1) и нагревают на электрической плитке до полного растворения; полученный раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ и объем доводят водой до метки (раствор Д);

раствор, содержащий 1 $мг/см^3$ углекислого стронция; готовят следующим образом: 10 $см^3$ раствора Д переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, объем доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают (раствор Е);

раствор, содержащий 30 $мг/см^3$ хлористого калия; готовят следующим образом: навеску хлористого калия массой 57,300 г растворяют в воде, раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$ и доводят водой до метки (раствор К).

При приготовлении растворов сравнения, необходимых при определении углекислых натрия и кальция, в мерные колбы вместимостью 100 $см^3$ вносят растворы В и Е, в объемах, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля, мкг/см³			Объем раствора, вводимого для приготовления 100 см³ раствора сравнения, см³	
$SrCO_3$	Na_2CO_3	$CaCO_3$	раствор Е	раствор В
100	0,1	0,4	10	0,5
100	0,25	1,0	10	1,25
100	0,5	2,0	10	2,5
100	0,75	3,0	10	3,75
100	1,0	4,0	10	5,0
100	1,25	5,0	10	6,25
100	1,5	6,0	10	7,5

Растворы доводят до метки водой и тщательно перемешивают.

Для приготовления растворов сравнения, необходимых для определения углекислого бария, в мерные колбы вместимостью 50 см³ вносят растворы Г, Д и К в количествах, указанных в табл. 3.

Таблица 3

Массовая доля, мкг/см³		Объем раствора, вводимого для приготовления 100 см³ раствора сравнения, см³		
$SrCO_3$	$BaCO_3$	раствор Д	раствор Г	раствор К
5000	10,0	25	0,5	5
5000	20,0	25	1,0	5
5000	50,0	25	2,5	5
5000	100,0	25	5,0	5

Растворы доводят до метки водой и тщательно перемешивают.

3.4.2—3.5.1. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3.5.2. *Проведение анализа*

1 г углекислого стронция, предварительно высушенного при 105—110 °С до постоянной массы, взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г, помещают в стакан вместимостью 200 см³, смачивают 10—15 см³ дистиллированной воды, приливают 15 см³ соляной кислоты (1:1) и нагревают до полного растворения. Полученный раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³. Объем доводят до метки водой и тщательно перемешивают (раствор A_1).

Одновременно готовят раствор контрольного опыта: 15 см³ со-

ляной кислоты 1:1 вводят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, объем раствора доводят до метки водой и перемешивают.

а) **Определение массовой доли углекислого натрия**

Отбирают пипеткой 2 $см^3$ раствора A_1 и переносят в мерную колбу вместимостью 200 $см^3$, доводят водой до метки и перемешивают.

Анализируемый раствор, растворы сравнения и раствор контрольного опыта поочередно распыляют по два раза каждый и регистрируют интенсивность излучения линии натрия 589,0 нм.

б) **Определение массовой доли углекислого кальция**

Отбирают пипеткой 2 $см^3$ раствора A_1, переносят в мерную колбу вместимостью 200 $см^3$, доводят водой до метки и перемешивают.

При определении кальция используют пламя смеси ацетилен—воздух. Расход ацетилена — 2—3,5 $дм^3$/мин, воздуха — 10—17 $дм^3$/мин.

Анализируемый раствор, растворы сравнения и раствор контрольного опыта поочередно распыляют по два раза каждый и регистрируют излучение или абсорбцию кальция при длине волны 422,7 нм.

в) **Определение массовой доли углекислого бария**

Отбирают пипеткой 25 $см^3$ раствора A_1, 5 $см^3$ раствора К, переносят в мерную колбу 50 $см^3$, доводят водой до метки и перемешивают.

При определении бария используют пламя смеси ацетилен—закись азота. Расход ацетилена — 6—8 $дм^3$/мин, закиси азота — 11—13 $дм^3$/мин.

Анализируемый раствор и растворы сравнения поочередно распыляют по два раза каждый и регистрируют излучение или абсорбцию бария при длине волны 553,6 нм.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

3.5.3. *Обработка результатов*

Находят среднее арифметическое двух значений интенсивности или оптической плотности для каждого раствора пробы, раствора сравнения и контрольного опыта.

По полученным значениям и соответствующим им концентрациям углекислых натрия, кальция и бария в растворах сравнения строят соответствующие градуировочные графики.

По градуировочным графикам определяют концентрации углекислого натрия, углекислого кальция и углекислого бария.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, выполненных на двух навесках пробы, поступивших на анализ.

Массы углекислого натрия и углекислого кальция, найденные по градуировочным графикам в микрограммах на кубический сантиметр, соответствуют их процентному содержанию в углекислом стронции.

Массовую долю углекислого бария (X_6) в процентах в углекислом стронции вычисляют по формуле

$$X_6 = 0{,}02 \cdot c\,,$$

где c — концентрация углекислого бария, найденная по градуировочному графику, мкг/см^3;

0,02 — коэффициент, учитывающий разбавление раствора A_1 (п. 3.5.2).

Расхождения между результатами двух параллельных определений и двух анализов при P = 0,95 не должны превышать значений, указанных в табл. 4.

Таблица 4

Массовая доля углекислого натрия, углекислого кальция, углекислого бария, %	Допускаемые расхождения, %					
	между результатами параллельных определений			между результатами анализа		
	Na_2CO_3	$CaCO_3$	$BaCO_3$	Na_2CO_3	$CaCO_3$	$BaCO_3$
0,5	0,05	0,2	0,1	0,06	0,3	0,2
1,0	0,1	0,3	0,2	0,25	0,4	0,3
2,0	0,25	0,5	0,3	0,3	0,6	0,4
5,0	—	0,7	0,5	—	1,0	0,6

При разногласиях в оценке результатов определения бария применяют метод определения по п. 3.1.1, а кальция по п. 3.4.4.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.6. Определение массовой доли железа в пересчете на Fe_2O_3.

3.6.1. *Аппаратура, реактивы и растворы:*

весы лабораторные по ГОСТ 24104 или другого типа, не уступающие им по точности;

кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:4;

кислота азотная по ГОСТ 4461;

кислота сульфосалициловая 2-водная по ГОСТ 4478, раствор с массовой долей 20 %;

квасцы железоаммонийные, х. ч.;

аммиак водный по ГОСТ 3760, раствор с массовой долей 10 %;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709;

раствор, содержащий 1 мг окиси железа в 1 см^3 раствора; готовят следующим образом: 6,04 г железоаммонийных квасцов взвешивают с погрешностью не более 0,001 г, растворяют в 100 см^3 воды, подкисленной 20 см^3 соляной кислоты, раствор переводят в мерную

колбу вместимостью 1000 см^3 и доводят водой до метки. Титр раствора проверяют весовым методом (раствор А);

раствор, содержащий 0,01 мг окиси железа в 1 см^3 раствора; готовят следующим образом: 1 см^3 раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают (раствор Б, свежеприготовленный);

фотоэлектроколориметр типа ФЭК-56 или другой аналогичный прибор.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.6.2. *Построение градуировочного графика*

Для построения градуировочного графика готовят образцовые растворы. Для этого в мерные колбы вместимостью по 100 см^3 каждая отбирают пипеткой 0,5; 1; 1,5; 2; 3; 4; 5; 6; 7 см^3 раствора Б, что соответствует 0,005; 0,010; 0,015; 0,020; 0,030; 0,040; 0,050; 0,060; 0,070 мг окиси железа. В каждую колбу добавляют 5 см^3 сульфосалициловой кислоты, аммиака до появления устойчивой окраски и сверх того еще 3 см^3. Доводят объем раствора водой до метки и перемешивают. Одновременно в мерной колбе готовят раствор сравнения, в который приливают все те же реактивы, кроме раствора Б. Через 10 мин измеряют оптическую плотность образцовых растворов окиси железа по отношению к раствору сравнения в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя раствора 50 мм, пользуясь светофильтром № 4 (длина волны около 0,440 нм). По найденным значениям оптических плотностей и соответствующим им концентрациям окиси железа строят градуировочный график.

3.6.3. *Проведение анализа*

1 г углекислого стронция взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г, помещают в стакан вместимостью 100 см^3 и растворяют при нагревании в 10 см^3 соляной кислоты с добавлением нескольких капель азотной кислоты. По охлаждении раствор фильтруют через плотный фильтр в мерную колбу вместимостью 100 см^3, фильтр промывают водой и объем раствора доводят водой до метки. Для определения в мерную колбу вместимостью 100 см^3 отбирают пипеткой 20 см^3 полученного раствора, добавляют 5 мл сульфосалициловой кислоты и аммиак до появления устойчивой окраски и сверх того еще 3 см^3. Доводят объем раствора до метки и перемешивают. Через 10 мин измеряют оптическую плотность раствора. Пользуясь градуировочным графиком, находят массовую долю окиси железа в анализируемом растворе.

3.6.4. *Обработка результатов*

Массовую долю окиси железа (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{a \cdot 100 \cdot 100}{m \cdot 20 \cdot 1000},$$

где a — массовая доля окиси железа, найденная по градуировочному графику, мг;

m — масса навески углекислого стронция, взятая для определения, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,003 абс. %.

3.6а. Визуальное определение массовой доли железа в пересчете на Fe_2O_3 роданидным методом

3.6а.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

весы лабораторные по ГОСТ 24104 или другого типа, не уступающие им по точности;

аммоний железо (III) сульфат (1:1:2) 12-водный по ТУ 6—09—5359—88 (квасцы железоаммонийные), х. ч. или ч. д. а.;

аммоний роданистый по ГОСТ 27067, х. ч. или ч. д. а.;

водный раствор концентрации 300 г/дм^3;

кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:1;

раствор, содержащий железо; готовят по ГОСТ 4212: 10 см^3 полученного раствора разбавляют водой в мерной колбе до 1 дм^3 (раствор А); 1 см^3 раствора А содержит 0,01 мг железа;

растворы сравнения готовят следующим образом: в мерные цилиндры с притертыми пробками вместимостью 50 см^3 вводят 5 см^3 роданистого аммония и соответственно 1, 1,5 и 2 см^3 свежеприготовленного раствора А и доводят водой до объема 35 см^3;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

3.6а.2. *Проведение анализа*

1 г углекислого стронция взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г, помещают в стакан вместимостью 100 см^3 и растворяют при нагревании в 10 см^3 азотной кислоты. По охлаждении при необходимости раствор фильтруют через плотный фильтр в мерную колбу вместимостью 100 см^3, фильтр промывают водой и объем раствора доводят водой до метки. 10 см^3 раствора переводят в мерный цилиндр из бесцветного стекла вместимостью 50 см^3 и разбавляют водой до 30 см^3. Затем в цилиндр прибавляют 5 см^3 раствора роданистого аммония и перемешивают. Продукт считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая окраска анализируемого раствора не будет интенсивнее окраски соответствующего раствора сравнения, приготовленного одновременно с анализируемым раствором.

При разногласиях в оценке результатов определения применяют сульфосалицилатный метод.

Раздел 3.6а. **(Введен дополнительно, Изм. № 2).**

3.7. Определение массовой доли серы в пересчете на SO_3

3.7.1. *Аппаратура, реактивы и растворы:*

весы лабораторные по ГОСТ 24104 или другого типа, не уступающие им по точности;

натрий углекислый по ГОСТ 83, раствор с массовой долей 5 %;

кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:1;

бром по ГОСТ 4109;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709;

вода бромная (готовится насыщением дистиллированной воды бромом);

барий хлористый по ГОСТ 4108, раствор с массовой долей 10 %;

метиловый оранжевый (индикатор);

натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор $c(NaOH) = 0{,}1$ моль/дм^3;

аммиак водный по ГОСТ 3760, разбавленный 1:2;

серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, раствор с массовой долей 5 %;

натрий хлористый по ГОСТ 4233;

аммоний хлористый по ГОСТ 3773;

буферный раствор для титрования трилона Б раствором цинка; готовят следующим образом: 67 г хлористого аммония растворяют в небольшом количестве воды, добавляют 570 см^3 25 %-ного раствора аммиака и доводят водой до 1000 см^3;

магний хлористый по ГОСТ 4209, 0,02 моль/дм^3 раствор; готовят следующим образом: 4,07 г хлористого магния растворяют в мерной колбе вместимостью 1000 см^3 и доводят водой до метки;

буферный раствор для установки соотношения между растворами трилона Б и хлористого магния; готовят следующим образом: 8,25 г хлористого аммония растворяют в небольшом количестве воды, добавляют 113 см^3 концентрированного аммиака и доводят водой до 1000 см^3;

эриохром черный Т;

индикатор; готовят смешиванием эриохрома черного Т с хлористым натрием в соотношении 1:100;

цинк металлический, гранулированный;

цинк хлористый, 0,02 моль/дм^3 раствор; готовят следующим образом: 1,3074 г металлического цинка, взвешенного с погрешностью не более 0,0002 г, растворяют в 10 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1, сначала на холоду, затем слабо нагревают до полного растворения. Полученный раствор упаривают на водяной бане до сиропооб-

разного состояния. Остаток растворяют в воде. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают:

соль динатриевая этилендиамин — N,N,N'N'- тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, приблизительно 0,02 М раствор; готовят следующим образом: 7,45 г трилона Б растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$, доводят до метки и перемешивают. Титр раствора трилона Б устанавливают следующим образом: в коническую колбу вместимостью 250 $см^3$ отбирают пипеткой 10—20 $см^3$ 0,02 моль/$дм^3$ раствора хлористого цинка, разбавляют водой до 80 $см^3$, прибавляют 1—2 капли метилового оранжевого и нейтрализуют буферным раствором, приливая его по каплям. Добавляют 10 $см^3$ буферного раствора, индикатора эриохрома черного Т (около 0,1 г) и титруют раствором трилона Б до перехода окраски раствора от красной к синей.

Поправочный коэффициент на титр раствора трилона Б (K_1) вычисляют по формуле

$$K_1 = \frac{V_1}{V_2},$$

где V_1 — объем 0,02 моль/$дм^3$ раствора хлористого цинка, взятый на титрование, $см^3$;

V_2 — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, $см^3$.

Титр раствора трилона Б по SO_3 в г/$см^3$ вычисляют по формуле

$$T = 0{,}0016 \cdot K_1,$$

где 0,0016 — количество SO_3, соответствующее точно 1 $см^3$ 0,02 моль/$дм^3$ раствора трилона Б, г.

Соотношение между растворами трилона Б и хлористого магния устанавливают следующим образом: в коническую колбу вместимостью 250 $см^3$ отбирают пипеткой 10—20 $см^3$ трилона Б, добавляют 80 $см^3$ воды и 5 $см^3$ буферного раствора. Затем вводят около 0,1 г индикатора эриохрома черного Т и титруют раствором хлористого магния до перехода окраски раствора от синей к красной.

Соотношение между растворами трилона Б и хлористого магния (K_2) вычисляют по формуле

$$K_2 = \frac{V_1}{V_2},$$

где V_1 — объем трилона Б, взятый на титрование, $см^3$;

V_2 — объем раствора хлористого магния, израсходованный на титрование трилона Б, $см^3$.

3.7.2. *Проведение анализа*

2 г углекислого стронция, взвешенного с погрешностью не более 0,0002 г, помещают в коническую колбу вместимостью 250 $см^3$, смачивают 30 $см^3$ воды, прибавляют 10 $см^3$ бромной воды и раствор с осадком нагревают до кипения. Затем добавляют концентрированную соляную кислоту до полного растворения осадка и раствор кипятят до полного удаления брома. Охлажденный раствор нейтрализуют аммиаком по метиловому оранжевому, прибавляют 1 $см^3$ концентрированной соляной кислоты и воды до 100 $см^3$. Полученный раствор нагревают до кипения и приливают к нему при помешивании тонкой струей 10 $см^3$ горячего 10 %-ного раствора хлористого бария. Раствор с осадком кипятят 3—5 мин и оставляют на 12—15 ч.

Затем осадок отфильтровывают через фильтр «синяя лента» и промывают на фильтре водой до исчезновения в промывных водах реакции на хлор-ион (проба 5 %-ным раствором азотнокислого серебра). Фильтр с осадком помещают в ту же колбу, в которой проводилось осаждение, приливают 15 $см^3$ 0,02 моль/$дм^3$ раствора трилона Б, 10 $см^3$ раствора гидроокиси натрия и 50 $см^3$ воды. Раствор кипятят до полного растворения осадка. По охлаждении добавляют 5 $см^3$ буферного раствора, эриохрома черного Т (около 0,1 г) и титруют из полимикробюретки 0,02 моль/$дм^3$ раствором хлористого магния до перехода окраски от синей к красной.

3.7.1; 3.7.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3.7.3. *Обработка результатов*

Массовую долю серы в пересчете на SO_3 (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{(V_1 - V_2 \cdot K_2) \cdot T \cdot 100}{m},$$

где V_1 — объем раствора трилона Б, взятый для растворения осадка сернокислого бария, $см^3$;

V_2 — объем 0,02 моль/$дм^3$ раствора хлористого магния, израсходованный на титрование избытка трилона Б, $см^3$;

K_2 — соотношение между растворами трилона Б и хлористого магния;

T — титр раствора трилона Б по SO_3, г/$см^3$;

m — масса навески углекислого стронция, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое трех параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,03 абс. %.

3.8. Определение массовой доли нерастворимого в соляной кислоте остатка

3.8.1. *Аппаратура, реактивы и растворы:*

весы лабораторные по ГОСТ 24104 или другого типа, не уступающие им по точности;

тигли типа ТФ ПОР 16 по ГОСТ 25336 или аналогичные;

кислота соляная по ГОСТ 3118, ч.д.а., разбавленная 1:4;

серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, раствор с массовой долей 0,1 %;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709;

натрий углекислый по ГОСТ 83, раствор с массовой долей 5 %.

3.8.2. *Проведение анализа*

10 г углекислого стронция, предварительно высушенного при 105 °С до постоянной массы, взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в стакан вместимостью 250 $см^3$, приливают 100 $см^3$ раствора углекислого натрия с массовой долей 5 %, нагревают до кипения, кипятят раствор с осадком в течение 10—15 мин, охлаждают и спустя 2 ч осторожно (декантацией) сливают раствор с осадка. Влажный осадок углекислого стронция растворяют, нагревая в 150 $см^3$ соляной кислоты. Раствор фильтруют через стеклянный фильтрующий тигель, предварительно высушенный при 105—110 °С и взвешенный. Остаток на тигле промывают горячей водой до отрицательной реакции на ион хлора (проба с раствором азотнокислого серебра). Тигель с остатком сушат в сушильном шкафу до постоянной массы при 105—110 °С.

3.8.1; 3.8.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3.8.3. *Обработка результатов*

Массовую долю нерастворимого в соляной кислоте остатка (X_3) в процентах вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{(m_2 - m_1) \cdot 100}{m},$$

где m — масса навески углекислого стронция, г;

m_1 — масса пустого тигля, г;

m_2 — масса тигля с высушенным остатком, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,05 абс. %. Если результат анализа составит 0,24—0,25 %, необходимо провести два дополнительных определения. Тогда за результат анализа принимают среднее арифметическое четырех параллельных определений, допускаемые

расхождения между наиболее различающимися значениями которых не должны превышать 0,065 абс. %.

3.9. Определение массовой доли влаги

3.9.1. *Аппаратура:*

стаканчики для взвешивания (бюксы) по ГОСТ 23932;

шкаф сушильный;

весы лабораторные по ГОСТ 24104 или другого типа, не уступающие им по точности.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.9.2. *Проведение анализа*

10 г углекислого стронция взвешивают с погрешностью не более 0,01 г в предварительно взвешенной бюксе, сушат в сушильном шкафу при 105—110 °С до постоянной массы и взвешивают с той же погрешностью.

3.9.3. *Обработка результатов*

Массовую долю влаги (X_4) в процентах вычисляют по формуле

$$X_4 = \frac{(m - m_1) \cdot 100}{m},$$

где m — масса навески углекислого стронция, г;

m_1 — масса высушенного продукта, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,05 абс. %.

3.10. Определение остатка при просеве на сите

3.10.1. *Аппаратура:*

анализатор ситовой вибрационный типа 236Б-Гр;

сита с сетками № 1,6; 1,25; 08 и 01 по ГОСТ 6613;

шкаф сушильный с терморегулятором;

чаши для взвешивания;

весы лабораторные по ГОСТ 24104 или другого типа, не уступающие им по точности.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.10.2. *Проведение анализа*

100 г продукта взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают на верхнее сито с сеткой № 1,6, под которым помещают сита с сетками № 1,25; 08; 01 и поддон. Для продукта марки Ст УП используют только сито с сеткой № 1,6 и поддон. Перед анализом продукт должен быть высушен при 100—120 °С. Верхнее сито закрывают крышкой и продукт просеивают на вибрационном ситовом анализаторе или вручную (не менее 5 мин).

Остатка на сите с сеткой № 1,6 не должно быть.

Остатки с сит № 1,25; 08; 01 и поддона переносят в предварительно высушенные и взвешенные чаши и взвешивают с погрешностью не более 0,01 г.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.10.3. *Обработка результатов*

Массовую долю остатков на ситах с сетками № 1 25; 08 и на поддоне (X_5) в процентах вычисляют по формуле

$$X_5 = \frac{m_1}{m},$$

где m — масса навески углекислого стронция, г;

m_1 — масса остатка на сите или поддоне, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов трех параллельных определений, расхождения между которыми не должны превышать значений, указанных в табл. 5.

Таблица 5

Наименование показателя	Допускаемое расхождение, %
Остаток при просеве на сетке № 1,25	0,1
Остаток при просеве на сетке № 08	0,5
Массовая доля продукта, просеянного через сетку № 01	2,0

Коэффициент вариации (относительное стандартное отклонение метода) составляет 10 %.

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

3.11. Определение массовой доли углекислого бария

3.11.1. *Аппаратура, реактивы и растворы:*

весы лабораторные по ГОСТ 24104 или другого типа, не уступающие им по точности;

весы технические;

шкаф сушильный;

печь муфельная;

кислота уксусная по ГОСТ 61, раствор с массовой долей 10 %;

аммоний хромовокислый по ГОСТ 3774, ч.д.а., раствор с массовой долей 10 %;

серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, раствор с массовой долей 5 %;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709;

аммиак водный по ГОСТ 3760, раствор с массовой долей 25 %;

кислота азотная по ГОСТ 4461, х.ч., разбавленная 1:3;

метиловый оранжевый, ч.д.а., раствор с массовой долей 0,2 %;

аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117, растворы с массовой долей 30 и 1 %.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3).

3.11.2. *Проведение анализа*

10,000 г углекислого стронция, предварительно высушенного при 105—110 °С до постоянной массы, растворяют в минимальном количестве (~70 см^3) азотной кислоты 1:3 и кипятят до удаления углекислого газа. Полученный раствор охлаждают, нейтрализуют аммиаком по метиловому оранжевому, прибавляют 10 см^3 раствора уксуснокислого аммония с массовой долей 30 % и раствора уксусной кислоты до pH 3—4; раствор нагревают до кипения.

Раствору дают охладиться и оставляют стоять в течение 8—10 ч. Выпавший осадок хромата бария отфильтровывают, промывают сначала раствором уксуснокислого аммония с массовой долей 1 %, нейтрализованного аммиаком, а затем горячей водой до тех пор, пока 20 капель фильтрата с нейтральным раствором азотнокислого серебра будут давать чуть красно-буроватую окраску. Осадок, промытый на фильтре, сушат в сушильном шкафу, после чего вместе с фильтром помещают в фарфоровый тигель, прокаленный до постоянной массы, и прокаливают в муфельной печи при (700—800) °С.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.11.3. *Обработка результатов*

Массовую долю углекислого бария (X_6) в процентах вычисляют по формуле

$$X_6 = \frac{m \cdot 100 \cdot 0{,}78}{m_1},$$

где m — масса осадка после прокаливания, г;

m_1 — масса навески, г;

0,78 — коэффициент пересчета массы хромата бария на массу углекислого бария.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,05 %.

3.12. Определение массовой доли хлор-иона

3.12.1. *Аппаратура, реактивы и растворы:*

кислота азотная по ГОСТ 4461, х.ч., разбавленная 1:19, растворы с массовой долей 1 % и 10 %;

весы лабораторные по ГОСТ 24104 или другого типа, не уступающие им по точности;

фотоэлектроколориметр типа ФЭК-60 или аналогичного типа;

серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, х.ч., раствор с массовой долей 0,2 %;

натрий хлористый по ГОСТ 4233, х.ч., прокаленный до постоянной массы при 500 °С;

колбы мерные вместимостью 50 и 1000 $см^3$;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709, дополнительно перегнанная;

фильтр «белая» или «синяя» лента;

печь муфельная с терморегулятором;

стандартный раствор хлорида, содержащий 1 $мг/см^3$ хлора, готовят следующим образом: 1,648 г хлористого натрия растворяют в воде, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$ и доводят водой до метки; раствор хлорида (рабочий), содержащий 10 $мкг/см^3$ хлора, готовят в день применения разбавлением стандартного раствора водой в 100 раз.

3.12.2. *Проведение анализа*

Навеску анализируемой пробы массой 0,1—1,0 г помещают в стакан, приливают 5—20 $см^3$ раствора азотной кислоты с массовой долей 10 % и 25 $см^3$ воды. Раствор нагревают до полного растворения взятой навески, доводят до кипения, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$ и разбавляют водой до метки.

Если раствор мутный, то его фильтруют через плотный беззольный фильтр, предварительно промытый горячим раствором азотной кислоты с массовой долей 1 %.

Фильтрат собирают в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$ и доводят водой до метки.

10 $см^3$ полученного раствора переносят в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$, добавляют 30 $см^3$ азотной кислоты 1:19, 2 $см^3$ раствора азотнокислого серебра и доводят объем водой до метки. Раствор перемешивают, выдерживают 20 мин в темном месте и затем измеряют оптическую плотность на фотоэлектроколориметре при λ_{max} приблизительно 367 нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 5 см. В качестве раствора сравнения применяют воду. Одновременно с анализом образца через все стадии анализа проводят контрольный опыт на реактивы. Полученное значение оптической плотности контрольного опыта вычитают из значения оптической плотности анализируемого раствора. Массу хлора находят по градуировочному графику.

Для построения градуировочного графика в мерные колбы вместимостью 50 $см^3$ вводят 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 $см^3$ стандартного раствора хлорида (содержащего 10 $мкг/см^3$ хлора). В каждую колбу добавляют по 30 $см^3$ азотной кислоты 1:19, по 2 $см^3$ раствора азотнокислого серебра и доводят до метки азотной кислотой, разбавлен-

ной 1:19. Растворы перемешивают и выдерживают в темноте в течение 20 мин. В одну из колб вводят все реактивы, кроме хлорида (раствор контрольного опыта). Оптическую плотность растворов измеряют на фотоэлектроколориметре при λ_{max} приблизительно 367 нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 5 см. В качестве раствора сравнения применяют воду. Значение оптической плотности раствора контрольного опыта вычитают из значений оптических плотностей стандартных растворов. Измерение повторяют пять раз, используя новые порции раствора. По полученным данным строят градуировочный график. На ось ординат наносят значение оптической плотности раствора, а на ось абсцисс — массу хлора в миллиграммах.

3.12.1; 3.12.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

3.12.3. *Обработка результатов*

Массовую долю хлора (X_7) в процентах вычисляют по формуле

$$X_7 = \frac{m}{2 \cdot m_1},$$

где m — масса хлора, найденная по градуировочному графику, мг;

m_1 — масса навески анализируемой пробы, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,035 %. Если результат анализа попадает в интервал 0,11—0,12 %, то дополнительно проводят еще одно определение. В этом случае за результат анализа принимают среднее арифметическое трех параллельных определений, максимальное расхождение между которыми не должно превышать 0,04 %.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.13. Определение массовой доли пятиокиси фосфора

3.13.1. *Аппаратура, реактивы и растворы:*

фотоэлектроколориметр типа ФЭК-60 или спектрофотометр любого типа;

весы лабораторные по ГОСТ 24104 или другого типа, не уступающие им по точности;

кислота аскорбиновая, ч.д.а. 0,1 М раствор, свежеприготовленный;

аммиак водный по ГОСТ 3760;

аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765, х.ч., раствор с массовой долей 4 %;

калий сурьмяновиннокислый (антимонилтартрат калия), ч., $8 \cdot 10^{-4}$ М раствор; готовят следующим образом: 0,2743 г соли растворяют при нагревании в воде, после охлаждения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доводят до метки водой и перемешивают;

1 см^3 раствора содержит 1 мг сурьмы;

смешанный реактив приготовляют следующим образом: смешивают последовательно 125 см^3 5 М раствора соляной кислоты, 37,5 см^3 раствора молибдата аммония, 75 см^3 раствора аскорбиновой кислоты и 12,5 см^3 раствора сурьмяновиннокислого калия; объем полученного раствора доводят водой до 250 см^3 и перемешивают; раствор устойчив в течение 24 ч;

калий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 4198;

растворы, содержащие 0,002 и 0,010 мг фосфора в 1 см^3, получают соответствующим разбавлением стандартного раствора фосфора, приготовленного по ГОСТ 4212;

фенолфталеин, ч.д.а., раствор в этиловом спирте с массовой долей 0,1 %;

спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300, 96 %-ный раствор;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709, дополнительно перегнанная;

кислота соляная по ГОСТ 3118, х.ч., разбавленная 1:1 и 5 М раствор.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3).

3.13.2. *Подготовка к анализу*

Построение градуировочного графика в интервале 0,001—0,010 мг фосфора. В мерные колбы вместимостью 50 см^3 помещают 0; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 см^3 стандартного раствора, содержащего 0,002 мг фосфора в 1 см^3, разбавляют водой до 30—35 см^3, прибавляют 8 см^3 смешанного реактива, доводят до метки водой и перемешивают. Через 10 мин измеряют оптическую плотность раствора на спектрофотометре при 680 нм или на фотоэлектроколориметре (светофильтр № 6) в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 5 см по отношению к воде. Значение контрольного опыта учитывают при построении градуировочного графика зависимости оптической плотности от концентрации фосфора в растворе.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.13.3. *Проведение анализа*

0,1000 — 1,0000 г углекислого стронция помещают в стакан вместимостью 100 см^3, смачивают 10—20 см^3 воды, прибавляют 3—15 см^3 соляной кислоты 1:1. Стакан помещают на плитку и кипятят до полного растворения соли и удаления углекислоты. Раствор фильтруют, затем охлаждают, нейтрализуют аммиаком по фенолфталеину, разбавляют водой до 30—35 см^3, вводят 8 см^3 смешанного реактива, перемешивают и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 50 см^3. Доводят водой до метки и далее поступают как при

построении градуировочного графика. Одновременно с пробой через все стадии анализа проводят контрольный опыт, значение которого учитывают при расчете результатов анализа. При этом раствор контрольного опыта упаривают до 1—2 $см^3$ с тем, чтобы количество аммиака, расходуемого на нейтрализацию, было примерно таким же, которое расходуется на нейтрализацию анализируемого раствора. Оптическую плотность растворов измеряют через 10 мин, но не позже чем через 1 ч.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.13.4. *Обработка результатов*

Массовую долю пятиокиси фосфора (X_8) в процентах вычисляют по формуле

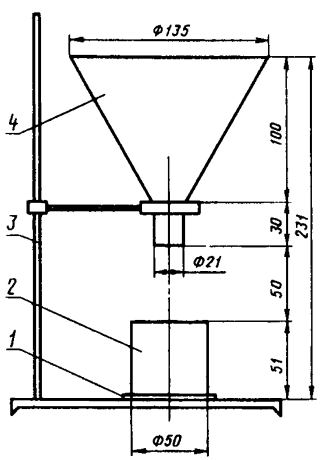
$$X_8 = \frac{m \cdot 2{,}2914}{m_1 \cdot 10},$$

где m — масса фосфора, найденная по градуировочному графику, мг;

m_1 — масса навески углекислого стронция, г;

2,2914 — коэффициент пересчета массы фосфора на массу пятиокиси фосфора.

Прибор для определения насыпной плотности



1 — мягкая амортизационная прокладка на основании стойки; *2* — измерительный стакан диаметром 50 и высотой 51 мм (*V* приблизительно 100 $см^3$) стеклянный или из белой жести по ГОСТ 13345; *3* — стойка, обеспечивающая соосность патрубка воронки и измерительного стакана; *4* — воронка с патрубком стеклянная или из белой жести по ГОСТ 13345

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,003 %.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.14. Определение насыпной плотности

3.14.1. *Аппаратура:*

прибор для определения насыпной плотности (см. чертеж);

весы технические с погрешностью взвешивания 0,01 г;

линейка или пластина толщиной 1—1,5 мм деревянная или из оргстекла;

стакан или чашка вместимостью 200—250 $см^3$.

3.14.2. *Проведение анализа*

250—300 г гранулированного углекислого стронция помещают в чашу или стакан и быстро, непрерывной струей, всыпают в воронку, под патрубком которой на расстоянии 50 мм установлен предварительно взвешенный измерительный стакан.

Избыток продукта со стакана снимают пластиной или линейкой, избегая уплотнения продукта. После удаления избытка продукта легким постукиванием линейкой по стенкам стакана продукт в стакане уплотняют, чтобы избежать просыпания его при установлении стакана на весы.

Измерительный стакан с продуктом взвешивают.

Определение проводят из двух отдельных навесок.

3.14.3. *Обработка результатов*

Насыпную плотность гранулированного углекислого стронция (X_9) в $г/см^3$ вычисляют по формуле

$$X_9 = \frac{m - m_1}{V},$$

где m — масса измерительного стакана с углекислым стронцием, г;

m_1 — масса измерительного стакана, г;

V — объем измерительного стакана, $см^3$.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,15 $г/см^3$.

3.14.1—3.14.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3.15. Определение магнитных включений размером более 250 мкм при напряженности магнитного поля не менее $1{,}2 \cdot 10^6$ А/м (15 000 эрстед)

3.15.1. *Аппаратура и приборы:*

весы лабораторные по ГОСТ 24104 или другого типа, не уступающие им по точности;

ручной магнит типа МП-5 или другой, обладающий магнитной индукцией не ниже 3000 Гс;

сепаратор электромагнитный типа 138-Т-СЭМ или аналогичный;

сито с сеткой № 025 по ГОСТ 6613;

кислота уксусная по ГОСТ 61, разбавленная дистиллированной водой 1:10 по объему.

3.15, 3.15.1. **(Введены дополнительно, Изм. № 2).**

3.15.2. *Проведение анализа*

Определение массовой доли магнитных включений проводят в две стадии:

извлечение металлических магнитных примесей;

извлечение магнитных минералов.

100 г углекислого стронция из объединенной пробы распределяют тонким слоем на листе кальки и по ее поверхности перемещают ручной магнит, обернутый калькой. Перемещение магнита по пробе продолжают до тех пор, пока после очередного съема магнитных примесей магнит не перестает извлекать из продукта частицы. Отобранные магнитные частицы переносят на чистый лист кальки (проба 1).

Оставшуюся часть пробы после удаления металлических магнитных примесей засыпают в загрузочный бункер валкового электромагнитного сепаратора и выделяют из нее дополнительные магнитные частицы в соответствии с инструкцией, прилагаемой к прибору.

Операцию сепарирования повторяют не менее трех раз.

Магнитные включения, выделенные на электромагнитном сепараторе (проба 2), объединяют с пробой 1, переносят в стакан, прибавляют 30 $см^3$ раствора уксусной кислоты и выдерживают, слабо перемешивая, при температуре (25±5) °С в течение 15—20 мин. Осадок отфильтровывают через фильтр, промывают три раза 3—5 $см^3$ воды и сушат в сушильном шкафу при 100—110 °С в течение 1 ч.

Высушенный фильтр разворачивают, содержимое переносят на сито с сеткой № 025 и просеивают при помощи мягкой кисточки 3—5 мин.

Продукт считается соответствующим требованиям стандарта, если при проведении трех параллельных определений на сите отсутствует остаток магнитных частиц.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

4.1. Углекислый стронций упаковывают в два мешка: внутренний — полиэтиленовый мешок по ГОСТ 17811, № 5—10, толщиной пленки (0,220±0,030) мм, или пленочный мешок-вкладыш по

ГОСТ 19360, внешний мешок — бумажный по ГОСТ 2226, сшитый или склеенный, пяти-шестислойный, типов БМ, НМ и ПМ, или мешок из ткани с основой из вискозных нитей по ГОСТ 30090, или полипропиленовый мешок для руды.

Полиэтиленовый мешок или пленочный мешок-вкладыш заваривают или прошивают машинным способом вместе с внешним бумажным или мешком из ткани.

Масса нетто одного мешка должна быть не более (50±0,3) кг.

По согласованию с потребителем допускается упаковывать углекислый стронций в мягкие контейнеры для сыпучих продуктов типа МК-1,0 Л, МКР-1,0 С и МКО-1,0 С или в металлические контейнеры по ГОСТ 19668.

Масса брутто металлического контейнера должна быть не более 5 т.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.1а. Углекислый стронций, предназначенный для длительного хранения, упаковывают в полиэтиленовые мешки по ГОСТ 17811, вложенные в мешки из ткани с основой из вискозных нитей по ГОСТ 30090.

Полиэтиленовый мешок должен быть заварен, мешок из ткани — прошит.

Допускается упаковывание продукта в мягкие контейнеры типа МКР или в контейнеры типа СК-1—5 по ГОСТ 19668.

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

4.2. Транспортная маркировка груза с углекислым стронцием — в соответствии с ГОСТ 14192 с нанесением знака опасности по ГОСТ 19433 (класс 9, подкласс 9.2, классификационный шифр 923) и следующих дополнительных обозначений:

наименования продукта или его шифра и марки;

номера партии;

даты изготовления;

массы брутто и нетто;

обозначения настоящего стандарта.

4.3. Углекислый стронций, упакованный в соответствии с п. 4.1, транспортируют повагонными отправками железнодорожным или автомобильным транспортом в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими на данном виде транспорта.

Допускается транспортировать углекислый стронций, упакованный в мешки, в специализированных контейнерах по ГОСТ 26380, ГОСТ 19667 или же в контейнерах по ГОСТ 20259, принадлежащих предприятию; при мелких отправках — в деревянных ящиках по ГОСТ 2991 типа П-2 или в поддонах ящичного типа с цельными разборными стенками и крышкой по ГОСТ 9570—84.

4.2, 4.3. **(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).**

4.4. Продукт, упакованный в мешки, должен транспортироваться в крытых транспортных средствах пакетами на плоских поддонах по ГОСТ 9557 в соответствии с требованиями ГОСТ 24597.

Мягкие специализированные контейнеры транспортируют без перевалок в пути следования.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

4.5. Углекислый стронций хранят в крытых складских помещениях, в упакованном виде. Срок хранения продукта не ограничен.

4.6. Крепление контейнеров — в соответствии с техническими условиями погрузки и крепления грузов, действующими на данном виде транспорта.

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

5. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

5.1. Углекислый стронций — мелкодисперсный порошок, пожаро- и взрывобезопасен, вызывает раздражение слизистой оболочки дыхательных путей и при попадании в организм — расстройство желудочно-кишечного тракта.

Предельно допустимая концентрация углекислого стронция в воздухе рабочей зоны, 6 мг/м^3, класс опасности 4 по ГОСТ 12.1.005.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

5.2. Производственные помещения, в которых проводятся работы с углекислым стронцием, должны быть оборудованы приточно-вытяжной вентиляцией с трехкратным обменом воздуха.

5.3. При работе с углекислым стронцием обслуживающий персонал должен быть в специальной одежде и применять респиратор типа «Лепесток», защитные очки и головной убор.

ПРИЛОЖЕНИЕ 1
Рекомендуемое

ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВОЙ ДОЛИ УГЛЕКИСЛОГО СТРОНЦИЯ

0,1000 г углекислого стронция, предварительно высушенного при 105—110 °С, помещают в коническую колбу, смачивают 10 см^3 воды, приливают 5 см^3 концентрированной соляной кислоты и растворяют при нагревании. Затем содержимое колбы разбавляют водой до 50 см^3, нейтрализуют водным раствором аммиака с массовой долей 10 % по индикаторной бумаге «конго», приливают 20 см^3 комплексоната магния концентрации 0,05 моль/дм^3, 20 см^3 аммиачного буферного раствора и титруют 0,05 моль/дм^3 раствором трилона Б по индикатору эриохрому черному Т до перехода розовой окраски раствора в сине-зеленую.

Массовую долю углекислого стронция (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot 0{,}00738 \cdot 100}{m} - 1{,}475 \cdot X_1 - 0{,}748 \cdot X_2 ,$$

где X_1 — массовая доля углекислого кальция, определенная по разд. 3, %;

X_2 — массовая доля углекислого бария, определенная по разд. 3, %;

V — объем раствора трилона Б, пошедший на титрование, см^3;

m — масса навески, г;

1,475 — коэффициент пересчета углекислого кальция на углекислый стронций;

0,00738 — масса углекислого стронция, соответствующая 1 см^3 раствора трилона Б концентрации 0,05 моль/дм^3, г;

0,748 — коэффициент пересчета углекислого бария на углекислый стронций.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений.

Расхождения между результатами двух параллельных определений не должны превышать 0,5 % абс.

ПРИЛОЖЕНИЕ 2
Рекомендуемое

ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВОЙ ДОЛИ ХЛОР-ИОНОВ*

(методика рекомендуется для анализа хлоридов в СтУП)

Навеску углекислого стронция массой 5,000 г, предварительно высушенного при 105—110 °С, помещают в коническую колбу и растворяют в 100 см^3 раствора азотной кислоты (1:9), затем вводят в колбу 5 см^3 раствора азотнокислого серебра концентрации 0,1 моль/дм^3, приливают 1—2 см^3 насыщенного раствора железоаммонийных квасцов и оттитровывают избыток нитрата серебра раствором роданистого аммония до появления устойчивой красноватой окраски раствора в колбе.

Массовую долю хлор-ионов в углекислом стронции (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V - V_1) \cdot 0{,}003545 \cdot 100}{m},$$

где m — масса навески углекислого стронция, г;

0,003545 — масса хлор-ионов, соответствующая 1 см^3 азотнокислого раствора серебра концентрации точно 0,1 моль/дм^3, г;

$(V - V_1)$ — разность объемов растворов роданида аммония концентрации 0,1 моль/дм^3, пошедших на титрование растворов контрольного и рабочего опытов, см^3.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений.

Расхождения между результатами двух параллельных определений не должны превышать 3 % (отн.).

Приложения 1, 2. **(Введены дополнительно, Изм. № 3).**

---

*Растворы роданида аммония и нитрата серебра должны быть децимолярными и оттитрованы в условиях проведения опыта при температуре не выше 25 °С.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР**

   РАЗРАБОТЧИКИ

   М.К. Баранова, А.Г. Галканов, В.М. Владимирова, Э.П. Болкарев, В.Б. Павловская

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 28.01.75 № 221**

3. **ПЕРИОДИЧНОСТЬ ПРОВЕРКИ — 5 лет**

4. **ВЗАМЕН ГОСТ 2821—50**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 12.1.005—88	5.1
ГОСТ 61—75	3.11.1, 3.15.1
ГОСТ 83—79	3.8.1, 3.7.1
ГОСТ 1277—75	3.8.1, 3.7.1, 3.11.1, 3.12.1
ГОСТ 2226—88	4.1
ГОСТ 2821—75	1.3
ГОСТ 2991—85	4.3
ГОСТ 3117—78	3.11.1
ГОСТ 3118—77	3.5.1, 3.6.1, 3.7.1, 3.8.1, 3.13.1
ГОСТ 3760—79	3.4.1, 3.6.1, 3.11.1, 3.13.1
ГОСТ 3765—78	3.13.1
ГОСТ 3773—72	3.4.1, 3.7.1
ГОСТ 3774—76	3.11.1
ГОСТ 4108—72	3.7.1
ГОСТ 4109—79	3.7.1
ГОСТ 4140—74	3.5.1
ГОСТ 4158—80	3.5.1
ГОСТ 4198—75	3.13.1
ГОСТ 4209—77	3.7.1
ГОСТ 4212—76	3.6а.1, 3.13.1
ГОСТ 4233—77	3.4.1, 3.5.1: 3.7.1, 3.12.1
ГОСТ 4234—77	3.5.1
ГОСТ 4328—77	3.7.1
ГОСТ 4461—77	3.4.1, 3.6.1, 3.6а.1, 3.11.1, 3.12.1
ГОСТ 4478—78	3.6.1

Продолжение

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 4530—76	3.5.1
ГОСТ 5457—75	3.5.1
ГОСТ 6613—86	3.10.1, 3.15.1
ГОСТ 6709—72	3.4.1, 3.5.1, 3.6.1, 3.6а.1, 3.7.1, 3.8.1, 3.11.1, 3.12.1, 3.13.1
ГОСТ 9557—87	4.4
ГОСТ 9570—84	4.3
ГОСТ 10652—73	3.7.1, 3.4.1
ГОСТ 11088—75	3.4.1
ГОСТ 13345—85	3.12.2
ГОСТ 14192—77	4.2
ГОСТ 17811—78	4.1, 4.1а
ГОСТ 18300—87	3.4.1, 3.13.1
ГОСТ 19360—74	4.1
ГОСТ 19433—88	4.2
ГОСТ 19667—74	4.3
ГОСТ 19668—74	4.1, 4.1а
ГОСТ 20259—80	4.3
ГОСТ 21650—76	4.4
ГОСТ 23932—90	3.9.1
ГОСТ 24104—88	3.4.1, 3.5.1, 3.6.1, 3.6а.1, 3.7.1, 3.8.1, 3.9.1, 3.10.1, 3.11.1, 3.12.1, 3.13.1, 3.15.1
ГОСТ 24597—81	4.4
ГОСТ 26380—84	4.3
ГОСТ 25336—82	3.8.1
ГОСТ 27067—86	3.6а.1
ГОСТ 30090—93	4.1, 4.1а

6. Постановлением Госстандарта от 20.07.92 № 728 снято ограничение срока действия

7. ПЕРЕИЗДАНИЕ (январь 1997 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в мае 1982 г., августе 1987 г., июле 1992 г. (ИУС 9—82, 12—87, 10—92)

Редактор *М.И.Максимова*
Технический редактор *В.Н.Прусакова*
Корректор *М.С.Кабашова*
Компьютерная верстка *А.Н.Золотаревой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 31.03.97. Подписано в печать 21.04.97.
Усл.печ.л. 2,09. Уч.-изд.л. 2,0. Тираж 143 экз. С 455. Зак. 325

ИПК Издательство стандартов
107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник"
Москва, Лялин пер., 6

gost.e-ecolog.ru