ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

БАРИЙ АЗОТНО-КИСЛЫЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 1713—79

Издание официальное

Е

БЗ 4—92

ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 661.844.43 : 006.354 Группа Л14

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

БАРИЙ АЗОТНО-КИСЛЫЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ

Технические условия

Technical barium nitrate.
Specifications

ГОСТ
1713—79

ОКП 21 4312 0100

Дата введения 01.01.82

Настоящий стандарт распространяется на технический азотно-кислый барий, применяемый для оптического стекловарения, в производстве стекол, эмалей для сантехнических изделий, химических реактивов, пиротехнических смесей и других целей.

Настоящий стандарт устанавливает требования к техническому азотно-кислому барию, изготовляемому для нужд народного хозяйства и для поставки на экспорт.

Формула $Ba(NO_3)_2$.

Молекулярная масса (по международным атомным массам 1977 г.) — 261,34.

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

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

1.1а. В зависимости от назначения и содержания примесей азотно-кислый барий выпускают марок А и Б:

А — для производства оптических стекол специального назначения;

Б — для оптического стекловарения, для производства стекол, пиротехнических смесей, химических реактивов и других целей.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

★ ★
Е

© Издательство стандартов, 1979
© Издательство стандартов, 1993
Переиздание с изменениями

1.2. По физико-химическим показателям азотно-кислый барий должен соответствовать требованиям и нормам, указанным в таблице.

Наименование показателя	Норма для марки	
	А ОКП 21 4312 0110	Б ОКП 21 4312 0120
1 Внешний вид	Белые кристаллы	Белые кристаллы с желтоватым или сероватым оттенком
2 Массовая доля азотно-кислого бария $Ba(NO_3)_2$, %, не менее	99,5	99,5
3. Массовая доля нерастворимого в воде остатка, %, не более	0,02	0,05
4. Массовая доля хлористых солей в пересчете на $BaCl_2$, %, не более	0,05	0,05
5. Массовая доля железа, %, не более	$3 \cdot 10^{-4}$	$1 \cdot 10^{-3}$
6. Массовая доля меди, %, не более	$5 \cdot 10^{-5}$	Не нормируется
7. Массовая доля хрома, %, не более	$5 \cdot 10^{-5}$	»
8. Массовая доля никеля, %, не более	$5 \cdot 10^{-5}$	»
9. Массовая доля кобальта, %, не более	$2 \cdot 10^{-5}$	»
10 Массовая доля влаги, %, не более	0,05	0,05
11. Реакция водного раствора	Нейтральная	

Примечания:

1 Нормы по показателям 2, 3, 4 даны в пересчете на сухое вещество.

2 Для производства химических реактивов азотно-кислый барий марки Б должен содержать не более 0,02% хлористых солей в пересчете на $BaCl_2$.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

2. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2.1. Азотно-кислый барий токсичен, с органическими продуктами способен образовать взрывчатые смеси. По степени воздействия на организм человека азотно-кислый барий в соответствии с ГОСТ 12.1.007—76 относится к 1-му классу опасности.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.2. Азотно-кислый барий может попадать внутрь организма при вдыхании или заглатывании его в виде пыли.

При этом возможны отравления, сопровождающиеся повышением кровяного давления, воспалительными заболеваниями пищевода, желудка, головного мозга, поражением гладкой и сердечной мускулатуры.

При постоянной работе в атмосфере, загрязненной пылью азотно-кислого бария, могут развиваться хронические заболевания легких и бронхов.

2.3. Работы с азотно-кислым барием обслуживающий персонал должен выполнять в спецодежде, спецобуви по ГОСТ 12.4.103—83 и предохранительных приспособлениях, предусмотренных типовыми отраслевыми нормами, утвержденными в установленном порядке.

2.4. Производственные помещения и лаборатории, в которых проводят работы с азотно-кислым барием, должны быть оборудованы приточно-вытяжной вентиляцией.

Подготовку проб азотно-кислого бария для анализа необходимо проводить в вытяжном шкафу.

2.5. В случае возгорания азотно-кислого бария необходимо тушить его большим количеством воды.

2.6. Для предупреждения вредного воздействия азотно-кислого бария на организм работающих необходимы герметизация оборудования, механизация и автоматизация технологических процессов.

3. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

3.1. Азотно-кислый барий принимают партиями. Партией считают продукт, однородный по своим показателям качества, сопровождаемый одним документом о качестве, массой не более 10 т.

Документ должен содержать:

наименование предприятия-изготовителя и товарный знак;

наименование, марку и сорт продукта;

номер партии;

дату изготовления;

массу нетто;

обозначение настоящего стандарта;

классификационный шифр группы (6211) по ГОСТ 19433—88;

результаты проведенных анализов или подтверждение о соответствии качества продукции требованиям настоящего стандарта.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.2 Для проверки качества азотно-кислого бария на соответствие его показателей требованиям настоящего стандарта отбирают 5% мешков, но не менее трех при партии, состоящей менее чем из 60 мешков.

3.3. При получении неудовлетворительных результатов анализа хотя бы по одному из показателей проводят повторный анализ

на удвоенной выборке от той же партии. Результаты повторного анализа распространяются на всю партию.

4. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

4.1. Отбор проб

4.1.1. Точечные пробы из мешков отбирают алюминиевым щупом сверху, из середины и снизу, снимая каждый раз со щупа нижний слой продукта высотой 10—15 см. Масса точечной пробы не должна быть менее 0,2 кг.

4.1.2. Отобранные точечные пробы соединяют в объединенную пробу, тщательно перемешивают и сокращают методом квартования до средней пробы массой не менее 0,1 кг. Полученную среднюю пробу помещают в чистую сухую стеклянную банку, которую плотно закрывают.

На банку наклеивают этикетку со следующими обозначениями: наименования предприятия-изготовителя, наименования продукта, номера партии, даты отбора пробы и надписи: «Осторожно, яд!».

4.1.1; 4.1.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

4.2. Для проведения анализа и приготовления растворов применяют реактивы квалификации «химически чистый», «чистый для анализа» или «особой чистоты». Допускается применение импортной аппаратуры по классу точности и реактивов по качеству не ниже отечественных.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

4.3. Внешний вид продукта определяют визуально.

4.4. Определение массовой доли азотно-кислого бария

4.4.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Весы лабораторные по ГОСТ 24104—88 2-го класса точности.

Гири Г-2—210 по ГОСТ 7328—82.

Электропечь муфельная, обеспечивающая температуру нагрева 800—850 °С.

Плитка электрическая закрытого типа ЭПШ-1—08/220 по ГОСТ 14919—83.

Баня воздушная, песчаная или водяная.

Стаканчики для взвешивания по ГОСТ 25336—82.

Стакан Н-1—350 (400) ТС по ГОСТ 25336—82.

Цилиндры мерные 1—100 по ГОСТ 1770—74.

Тигли низкие 3 или 4 по ГОСТ 9147—80.

Шкаф сушильный, обеспечивающий температуру нагрева 150—180 °С.

Эксикатор по ГОСТ 25336—82.

Колба мерная 1—500—1 по ГОСТ 1770—74. Допускается применение колбы 2-го класса с аттестованным значением поправки к номинальному объему.

Пипетка 2—1—50 по ГОСТ 20292—74. Допускается применение пипетки 2-го класса с аттестованным значением поправки к номинальному объему.

Воронка лабораторная по ГОСТ 25336—82.

Колба Кн-1(2)—500 ТС по ГОСТ 25336—82.

Силикагель технический по ГОСТ 3956—76, высушенный при 150—180 °С.

Асбест по ГОСТ 12871—83.

Фильтры обеззоленные «синяя лента».

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, раствор, разбавленный 1 : 4 по объему.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, раствор, разбавленный 1 : 4 по объему.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Серебро азотно-кислое по ГОСТ 1277—75, раствор с массовой долей 1%.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

4.4.2. *Проведение анализа*

5 г азотно-кислого бария взвешивают (результат взвешивания записывают с точностью до четвертого десятичного знака), помещают в стакан вместимостью 400 см^3, приливают 200 см^3 воды и медленно нагревают до кипения. Содержимое стакана охлаждают и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доводят водой до метки. Раствор тщательно перемешивают и фильтруют через плотный фильтр «синяя лента», отбрасывая первые порции фильтрата.

50 см^3 фильтрата с помощью пипетки переносят в стакан вместимостью 400 см^3, приливают 200 см^3 воды, 10 см^3 раствора соляной кислоты, нагревают до кипения и медленно, по каплям, при перемешивании приливают 30 см^3 кипящего раствора серной кислоты, кипятят 3—5 мин для укрупнения осадка. Затем стакан с раствором плотно накрывают фильтровальной бумагой и оставляют на теплом месте в течение 4 ч при температуре 80—90 °С. Осадок фильтруют через двойной плотный фильтр «синяя лента», промывают кипящей водой до отрицательной реакции промывных вод на ион хлора (проба с раствором азотно-кислого серебра). Фильтр с осадком помещают в фарфоровый тигель, предварительно прокаленный до постоянной массы, высушивают, осторожно, не допуская воспламенения, озоляют, прокаливают при 800 °С до постоянной массы и взвешивают (результат взвешивания записывают с точностью до четвертого десятичного знака).

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.4.3. *Обработка результатов*

Массовую долю азотно-кислого бария (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot 1,1197 \cdot 100 \cdot 100 \cdot 500}{m \cdot 50 \cdot (100 - X_3)},$$

где m_1 — масса осадка серно-кислого бария после прокаливания, г;

1,1197 — коэффициент пересчета серно-кислого бария на азотно-кислый барий;

m — масса навески азотно-кислого бария, г;

X_3 — массовая доля влаги, определенная по п. 4.8, %.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,3%, при доверительной вероятности $P=0,95$.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

4.5. Определение массовой доли нерастворимого в воде остатка

4.5.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Весы лабораторные по ГОСТ 24104—88 3-го класса точности.

Гири Г-3—210 по ГОСТ 7328—82.

Плитка электрическая закрытого типа ЭПШ 1—08/220 по ГОСТ 14919—83.

Стаканчики для взвешивания по ГОСТ 25336—82.

Стакан Н-1—500 ТС по ГОСТ 25336—82.

Цилиндры мерные 1—500 по ГОСТ 1770—74.

Тигель фильтрующий ТФ ПОР 10 или ТФ ПОР 16 ХС по ГОСТ 25336—82.

Фильтры обеззоленные «синяя лента».

Шкаф сушильный, обеспечивающий температуру нагрева 150—180 °С.

Эксикатор по ГОСТ 25336—82.

Колба мерная 1—500—2 по ГОСТ 1770—74.

Силикагель технический по ГОСТ 3956—76, высушенный при 150—180 °С.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77.

Дифениламин по ТУ 6-09-5467—90; готовят следующим образом: 0,5 г дифениламина растворяют в растворе серной кислоты (100 см^3 серной кислоты и 20 см^3 воды).

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

4.5.2. *Проведение анализа*

20 г азотно-кислого бария взвешивают (результат взвешивания записывают с точностью до второго десятичного знака), по-

мещают в стакан вместимостью 500 см³ и растворяют в 300 см³ воды, медленно нагревают до кипения и оставляют на 30 мин в теплом месте для полной коагуляции осадка. Осадок отфильтровывают через предварительно высушенный при 105—110 °С и взвешенный стеклянный фильтрующий тигель или плотный бумажный фильтр «синяя лента». Осадок промывают небольшими порциями горячей воды до отрицательной реакции на NO_3^- (проба с дифениламином). Фильтрат и промывные воды собирают в мерную колбу вместимостью 500 см³, охлаждают и объем раствора доводят до метки, перемешивают (полученный раствор сохраняют для определения хлористых солей). Осадок вместе с фильтрующим тиглем или бумажным фильтром сушат в сушильном шкафу при 105—110 °С до постоянной массы, взвешивают (результат взвешивания записывают с точностью до четвертого десятичного знака).

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.5.3. *Обработка результатов*

Массовую долю нерастворимого в воде остатка (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{m_1 \cdot 100 \cdot 100}{m \cdot (100 - X_3)},$$

где m_1 — масса остатка после высушивания, г;

m — масса навески азотно-кислого бария, г;

X_3 — массовая доля влаги, определенная по п. 4.8, %.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 20%, при доверительной вероятности $P=0{,}95$.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

4.6. Определение массовой доли хлористых солей в пересчете на $BaCl_2$

4.6.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Весы лабораторные по ГОСТ 24104—88 2-го класса точности.

Гири Г-2—210 по ГОСТ 7328—82.

Фотоэлектроколориметр типа ФЭК-56 или ФЭК-60 или другого типа, обеспечивающий заданную чувствительность и точность.

Мешалка магнитная.

Колба мерная 1—50(1000)—2 по ГОСТ 20292—74.

Пипетка 2—2—25(1) по ГОСТ 20292—74.

Бюретка 6—2—5—0,02 по ГОСТ 20292—74.

Цилиндры мерные 1—10(50, 100) по ГОСТ 1770—74.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Серебро азотно-кислое по ГОСТ 1277—75, раствор концентрации $c(AgNO_3)=0{,}1$ моль/дм³.

Раствор, содержащий 1 мг хлор-иона в 1 $см^3$; готовят по ГОСТ 4212—76 (раствор А).

10 $см^3$ раствора А разбавляют водой до 1 $дм^3$ (раствор Б); 1 $см^3$ раствора Б содержит 0,01 мг Cl^-, годен в течение суток.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

4.6.2. *Подготовка к анализу*

4.6.2.1. *Построение градуировочного графика*

Для построения градуировочного графика готовят серию образцовых растворов. Для этого в мерные колбы вместимостью 50 $см^3$ бюреткой отбирают 1,0; 2,5; 5,0; 7,5; 10,0; 12,5; 15,0 $см^3$ раствора Б. Растворы в колбах разбавляют водой до 30 $см^3$, прибавляют каплю азотной кислоты, 1 $см^3$ раствора азотно-кислого серебра и перемешивают на магнитной мешалке в течение 3 мин, доводят водой до метки, перемешивают.

Одновременно готовят раствор сравнения, не содержащий хлор-иона, следующим образом: в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$ приливают 30 $см^3$ воды, подкисленной каплей азотной кислоты, прибавляют 1 $см^3$ раствора азотно-кислого серебра, доводят водой до метки и тщательно перемешивают. Сразу же измеряют оптическую плотность образцовых растворов по отношению к раствору сравнения на фотоэлектроколориметре, применяя зеленый светофильтр (при длине волны 480—490 нм) в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм.

По полученным данным строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс массу хлор-иона в образцовых растворах в миллиграммах, а по оси ординат — соответствующие им значения оптических плотностей.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

4.6.3. *Проведение анализа*

25 $см^3$ раствора, приготовленного по п. 4.5.2, переносят пипеткой в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$, прибавляют каплю азотной кислоты, 1 $см^3$ раствора азотно-кислого серебра и перемешивают на магнитной мешалке в течение 3 мин. Объем раствора в колбе доводят водой до метки и перемешивают.

Одновременно готовят раствор сравнения следующим образом: в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$ пипеткой помещают 25 $см^3$ анализируемого раствора, прибавляют каплю азотной кислоты, объем раствора в колбе доводят водой до метки и перемешивают.

Сразу же измеряют оптическую плотность анализируемого раствора по отношению к раствору сравнения в тех же условиях, что и при построении градуировочного графика (п. 4.6.2).

4.6.4. *Обработка результатов*

Массовую долю хлористых солей в пересчете на $BaCl_2$ (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{m_1 \cdot 2{,}9369 \cdot 500 \cdot 100 \cdot 100}{m \cdot 25 \cdot 1000(100 - X_3)},$$

где m_1 — масса хлор-иона, найденная по градуировочному графику, мг;

2,9369 — коэффициент пересчета хлор-иона на хлористый барий;

m — масса навески азотно-кислого бария, г;

X_3 — массовая доля влаги, определяемая по п. 4.8, %.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 20%, при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

4.7. Определение массовой доли железа

Колориметрический метод (для продукта марки Б)

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.7.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Весы лабораторные по ГОСТ 24104—88 2-го и 3-го классов точности.

Гири Г-2—210 и Г-3—210 по ГОСТ 7328—82.

Фотоэлектроколориметр типов ФЭК-56 и ФЭК-60 или другого типа, обеспечивающий заданную чувствительность и точность.

Плитка электрическая закрытого типа ЭПШ 1—08/220 по ГОСТ 14919—83.

Колба мерная 1—1000—2 по ГОСТ 1770—74.

Стакан Н-1—250 ТС по ГОСТ 25336—82.

Цилиндры мерные 1—10(50) по ГОСТ 1770—74.

Пипетка 2—2—1(2) по ГОСТ 20292—74.

Стаканчик для взвешивания с крышкой по ГОСТ 25336—82.

Цилиндры колориметрические стеклянные.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, раствор с массовой долей 25%.

Аммоний роданистый по ГОСТ 27067—86, раствор с массовой долей 25%.

Спирт изоамиловый по ГОСТ 5830—79.

Раствор железа, содержащий 1 мг Fe^{3+} в 1 $см^3$; готовят по ГОСТ 4212—76 (раствор А); 10 $см^3$ раствора А разбавляют водой до 1 $дм^3$ (раствор Б); 1 $см^3$ раствора Б содержит 0,01 мг Fe^{3+} (годен в течение суток).

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

4.7.2. *Проведение анализа*

2 г азотно-кислого бария взвешивают (результат взвешивания записывают с точностью до второго десятичного знака), помещают в стакан вместимостью 200—250 $см^3$, приливают 50 $см^3$ воды, 0,5 $см^3$ азотной кислоты, 6 $см^3$ раствора соляной кислоты и медленно нагревают до кипения, а затем кипятят 3—5 мин.

Содержимое стакана охлаждают и количественно переносят в колориметрический цилиндр вместимостью 100 $см^3$, прибавляют 8 $см^3$ раствора роданистого аммония, 10 $см^3$ изоамилового спирта, доводят до 100 $см^3$ водой и перемешивают.

Одновременно в таких же колориметрических цилиндрах готовят два образцовых раствора: пипеткой отбирают соответственно 2 и 4 $см^3$ раствора Б, прибавляют в каждый цилиндр по 50 $см^3$ воды, 0,5 $см^3$ азотной кислоты, 6 $см^3$ раствора соляной кислоты, 8 $см^3$ раствора роданистого аммония, 10 $см^3$ изоамилового спирта, доводят водой до 100 $см^3$, перемешивают.

Окраска экстрагированного слоя анализируемого раствора не должна быть интенсивнее окраски экстрагированного слоя образцовых растворов, что соответствует массовой доле железа в продукте марки Б не более 0,001% для высшего сорта или не более 0,002% для 1-го сорта.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4.7а. Определение массовой доли железа, меди, хрома, никеля и кобальта

Спектральный метод

4.7а.1. Метод определения массовой доли железа, меди, хрома, никеля и кобальта в азотно-кислом барии заключается в предварительном концентрировании примесей на сульфидно-угольном коллекторе. Полученный концентрат смешивают с хлористым натрием и анализируют в дуге постоянного или переменного тока.

4.7а; 4.7а.1. **(Введены дополнительно, Изм. № 1).**

4.7а.2. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Кварцевый спектрограф средней дисперсии типов ИСП—30, ИСП—22 или ИСП—28 с трехлинзовой системой освещения щели. Перед щелью ставят трехступенчатый ослабитель.

Выпрямитель типа ВАЗ 230×70.

Генератор дуговой типа ДГ—2 или УГЭ—4, или источник возбуждения спектров ИВС—28.

Штатив для спектрального анализа типа ШТ—9 или УШТ—4.

Спектропроектор типа ПС—18, ДСП—1 или СПП—2.

Микрофотометр типа МФ—4, МФ—2 или ИФО—451.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104—88 2-го класса точности или аналогичного типа.

Гири Г-2—210 по ГОСТ 7328—82.

Весы торзионные типа ВТ—2.

Инфракрасная лампа мощностью 300 Вт.

Колба кварцевая с притертой пробкой вместимостью 100 см³.

Порошок графитовый марки ос. ч. 7—4.

Угли графитовые для спектрального анализа (электроды угольные) марки ос. ч. 7—3; верхние заточены на конце на усеченный конус, в нижних высверлен цилиндрический канал диаметром 4,5 мм и глубиной 6 мм. Электроды перед употреблением обжигают в дуге постоянного тока 20—25 А или в дуге переменного тока 16—18 А в течение 20 с.

Фотопластинки спектральные типа П, чувствительностью 15 относительных единиц.

Проявитель метолгидрохиноновый; готовят по ГОСТ 10691.1—84.

Фиксаж быстродействующий; готовят следующим образом: 50 г хлористого аммония и 250 г тиосульфата натрия, взятые с точностью 0,1 г, растворяют в воде, доводят объем раствора до 1 дм³, перемешивают, и, если нужно, фильтруют.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72.

Натрия тиосульфат кристаллический по ГОСТ 244—76.

Аммиак водный по ГОСТ 24147—80 марки ос. ч. 17—4, 25%-ный раствор; готовят раствор, разбавленный 1 : 20.

М-ксилол.

Натрия N,N-диэтилдитиокарбамат; перед использованием препарата проводят его очистку следующим образом: 100 г препарата растворяют в 500 см³ 96%-ного этилового спирта, фильтруют через беззольный фильтр «синяя лента», фильтрат охлаждают и вливают в 300 см³ этилового эфира. Кристаллы N,N-диэтилдитиокарбамата натрия высушивают на воздухе и хранят в банке из темного стекла. Готовят 1%-ный водный раствор, меняя его через 48 ч.

Тиоацетамид ч. или тиомочевина по ГОСТ 6344—73, 0,07%-ный водный раствор; перед использованием препарат чистят перекристаллизацией следующим образом: 30 г тиоацетамида или тиомочевины растворяют в 100 см³ М-ксилола при температуре 80—90 °С. Раствор охлаждают льдом. Выделившиеся кристаллы отфильтровывают на фарфоровой воронке. Сушат на воздухе в течение 12 ч. Высушенный продукт хранят в банке из темного стекла.

Барий азотно-кислый марки ос. ч. 10—2.

Натрий хлористый для спектрального анализа, марки ос. ч. 6—4.

Растворы, содержащие 1 мг Fe, Cu, Cr, Ni и Co в 1 см³, готовят по ГОСТ 4212—76.

Спирт этиловый гидролизный ректификованный высшей очистки по ГОСТ 18300—87.

Эфир этиловый.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72, вторично перегнанная в кварцевой аппаратуре.

Бумага индикаторная универсальная.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

4.7а.3.1. *Приготовление растворов сравнения*

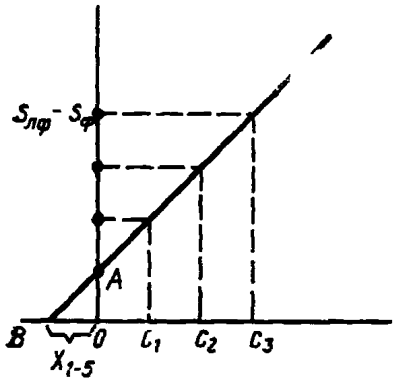
Для приготовления растворов сравнения используют азотно-кислый барий, предварительно проверенный на отсутствие примесей методом «добавок». Для проверки качества азотно-кислого бария отбирают 4 навески реактива по 2 г (результат взвешивания записывают с точностью до третьего десятичного знака) и растворяют каждую в 30 см³ воды.

Одну навеску оставляют без изменения, а в остальные три навески прибавляют соответственно по 1 см³ растворов В, Г и Д (описание приготовления растворов см. ниже). Подготовку этих проб к анализу и анализ их проводят согласно описанию, приведенному в пп. 4.7а.3.2, 4.7а.4.

По найденным значениям почернений $S_{л+ф}$—$S_ф$ строят градуировочные графики для каждого из определяемых элементов.

Если в исходной навеске бария азотно-кислого (без добавки) количества определяемых элементов будут X_1, X_2, X_3, X_4, X_5, то в приготовленных образцах концентрации определяемых элементов будут $X_{1-5}+C_1$; $X_{1-5}+C_2$; $X_{1-5}+C_3$, где C_1, C_2, C_3 — известные количества добавок этих элементов.

Так как в исходной навеске азотно-кислого бария и в приготовленных образцах с добавками присутствуют неизвестные концентрации определяемых элементов X_{1-5}, график будет идти не из нулевой точки координат, а из точки А, величина ординаты которой зависит от концентрации X_{1-5} (чертеж). Градуировочная прямая отсекает на оси ординат ($C=0$) отрезок OA, соответствующий почернению аналитических линий для определяемых химических элементов в исходной навеске без добавок. Неизвестная концентрация примесей определяется величиной отрезка, отсекаемого прямой на оси абсцисс ($OB=X_{1-5}$). Готовят 4 раствора сравнения с интервалом массовых долей $(5\cdot10^{-4}—1\cdot10^{-5})$ %.



Для этого сначала готовят исходный раствор, содержащий 1 мг/см³ Fe, Cu, Cr, Ni, Co и Cd по ГОСТ 4212—76 (раствор А).

Для приготовления раствора, содержащего 0,01 мг/см³ указанных выше примесей, 10 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и доводят водой до метки (раствор Б).

Для приготовления раствора, содержащего 0,002 мг/см^3 примесей, 20 см^3 раствора Б помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доводят водой до метки (раствор В).

Для приготовления раствора, содержащего 0,001 мг/см^3 примесей, 10 см^3 раствора Б помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доводят водой до метки (раствор Г).

Для приготовления раствора, содержащего 0,0002 мг/см^3 примесей, 10 см^3 раствора Б помещают в мерную колбу вместимостью 500 см^3 и доводят водой до метки (раствор Д).

Четыре навески по 2 г азотно-кислого бария, проверенного на отсутствие примесей Fe, Cu, Cr, Ni и Co методом «добавок», взвешивают (результат взвешивания записывают с точностью до третьего десятичного знака) и растворяют каждую в 30 см^3 воды.

Для приготовления растворов сравнения в каждую навеску вводят соответственно: для раствора сравнения, содержащего $5 \cdot 10^{-4}$ % примесей (Fe, Cu, Cr, Ni и Co),— 1 см^3 раствора Б; для раствора сравнения, содержащего $1 \cdot 10^{-4}$ % примесей,— 1 см^3 раствора В; для раствора сравнения, содержащего $5 \cdot 10^{-5}$ % примесей,— 1 см^3 раствора Г; для раствора сравнения, содержащего $1 \cdot 10^{-5}$ % примесей,— 1 см^3 раствора Д.

Подготовку растворов сравнения к анализу проводят аналогично подготовке анализируемой пробы (п. 4.7а.3.2).

4.7а.3.2. *Подготовка анализируемой пробы*

2 г азотно-кислого бария, взвешенного с точностью до третьего десятичного знака, растворяют в 30 см^3 воды в кварцевой колбе с притертой пробкой вместимостью 100 см^3. После этого доводят pH раствора до 7,5 добавлением аммиака (1 : 20), пользуясь универсальной индикаторной бумагой.

Затем добавляют 50 мг графитового порошка, 1 см^3 раствора — N,N-диэтилдитиокарбамата натрия, раствор перемешивают, добавляют раствор, содержащий 2 мг Cd^{2+}. Содержимое колбы тщательно перемешивают встряхиванием, дают отстояться 30 мин и добавляют 100 мг тиоацетамида или тиомочевины. После этого раствор опять тщательно перемешивают в течение 3—5 мин.

Осадок оставляют на 2 ч, после чего отфильтровывают через фильтр «синяя лента» с помощью вакуум-насоса на воронке Бюхнера из оргстекла диаметром 1,3—1,8 см. Осадок промывают 25 см^3 раствора тиоацетамида или тиомочевины, доведенного до pH 7,5, или маточником.

Фильтр с осадком извлекают из воронки на кальку с помощью палочки из оргстекла, имеющей тонкий наконечник, а затем сушат под инфракрасной лампой или в сушильном шкафу при 95—100 °С. К осадку, снятому с фильтра на кальку, добавляют 3 мг хлористого натрия, тщательно растирают в кальке и подвергают спектральному анализу.

4.7а.3.1; 4.7а.3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

4.7а.3.3. *Условия проведения анализа*

ширина щели	— 0,015 мм;
экспозиция	— 60 с;
высота диафрагмы на средней линзе конденсорной системы	— 3,2 мм;
сила тока	— 10 А (постоянный); 16 А (переменный).

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

4.7а.4. *Проведение анализа*

Подготовленный концентрат примесей помещают в канал нижнего электрода (анода) и уплотняют торцовым пестиком из оргстекла. Между вертикально поставленными электродами зажигают дугу, питаемую постоянным (переменным) током. На одной фотопластинке в одинаковых условиях фотографируют по 3 раза спектры анализируемой пробы и растворов сравнения. Каждый раз ставят новую пару электродов, фотопластинку со снятыми спектрами проявляют, ополаскивают водой, фиксируют, промывают проточной водой и высушивают на воздухе.

Сухую фотопластинку рассматривают под спектропроектором, а затем фотометрируют на микрофотометре, пользуясь логарифмической шкалой, и измеряют почернения линий ($S_{л+ф}$) определяемых примесей (по подходящей ступени ослабителя) и соседнего фона ($S_ф$), используя аналитические линии определяемых элементов, нм:

Fe — 302,05	Ni — 305,05
Cu — 327,4; 324,7	Co — 252,1; 315,35.
Cr — 283,56; 425,43	

Находят разность почернений: $\Delta S = S_{л+ф} - S_ф$.

По трем значениям разности почернений определяют среднее арифметическое значение $\Delta S_{ср}$ для анализируемой пробы и растворов сравнения для каждого определяемого элемента.

По найденным значениям почернений растворов сравнения строят градуировочные графики в прямоугольной системе координат. На оси абсцисс откладывают логарифмы массовых долей определяемых примесей в растворах сравнения (в процентах), а по оси ординат — среднее арифметическое значение разности почернений $\Delta S_{ср}$ линий определяемых элементов.

По соответствующим градуировочным графикам и известным значениям $\Delta S_{ср}$ для анализируемых проб находят массовую долю железа, меди, хрома, никеля и кобальта.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 25%, при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

4.7а.5. Допускается определение массовых долей железа, меди, хрома, никеля и кобальта другими методами, если погрешность их не выше нормируемой настоящим стандартом.

(Введен дополнительно, Изм. № 3).

4.8. Определение массовой доли влаги

4.8.1а. *Аппаратура*

Шкаф сушильный, обеспечивающий температуру нагрева (150±5) °С.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104—88 2-го класса точности или аналогичного типа.

Гири Г-2—210 по ГОСТ 7328—82.

Стаканчики для взвешивания по ГОСТ 25336—82.

(Введен дополнительно, Изм. № 2, 3).

4.8.1. *Проведение анализа*

10 г азотно-кислого бария взвешивают (результат взвешивания записывают с точностью до четвертого десятичного знака) в предварительно высушенной и взвешенной бюксе и сушат в сушильном шкафу при 150 °С до постоянной массы.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.8.2. *Обработка результатов*

Массовую долю влаги (X_3) в процентах вычисляют по формуле

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

где m — масса навески азотно-кислого бария, г;

m_1 — масса азотно-кислого бария после высушивания, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 20 %, при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

4.9. Определение реакции водного раствора

4.9.1. *Аппаратура, реактивы*

Весы лабораторные по ГОСТ 24104—88 3-го класса точности.

Гири Г-3—210 по ГОСТ 7328—82.

Стаканчик для взвешивания по ГОСТ 25336—82.

Стакан Н-1—300 ТС по ГОСТ 25336—82.

Цилиндры мерные 1—100 по ГОСТ 1770—74.

Плитка электрическая закрытого типа ЭПШ 1—08/220 по ГОСТ 14919—83.

Бумага индикаторная лакмусовая, синяя и красная.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

4.9.2. *Проведение анализа*

10 г азотно-кислого бария взвешивают (результат взвешива-

ния записывают с точностью до второго десятичного знака), растворяют при нагревании в 100 см³ воды.

Проверяют pH полученного раствора.

Синяя и красная лакмусовые бумажки, смоченные полученным раствором, не должны изменять своего цвета, что указывает на нейтральность среды.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

5. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

5.1. Азотно-кислый барий упаковывают в полиэтиленовые мешки по ГОСТ 17811—78, вложенные в четырехслойные бумажные мешки марки НМ по ГОСТ 2226—88.

По согласованию с потребителем допускается упаковывать продукт в пятислойные ламинированные мешки с двумя слоями из ламинированной полиэтиленом мешочной бумаги марки ПМ по ГОСТ 2226—88 или в мешки из полиэтиленовой пленки по ГОСТ 10354—82, вложенные в тканевые прорезиненные мешки или в мягкие специализированные контейнеры марки МКР—1.ОС.

Полиэтиленовый мешок подворачивают и прошивают вместе с бумажным мешком.

Масса нетто мешка не более 50 кг.

Азотно-кислый барий, предназначенный для поставки на экспорт, упаковывают в полиэтиленовые мешки по ГОСТ 17811—78, вложенные в льно-джуто-кенафные мешки по ГОСТ 18225—72 или в пятислойные влагопрочные мешки марки ВМ по ГОСТ 2226—88. Допускается упаковывать в полиэтиленовые мешки, вложенные в деревянные заливные бочки по ГОСТ 8777—80, вместимостью 100 дм³, или в фанерные барабаны по ГОСТ 9338—80, номер 7, типа 1 с дном по исполнению Б с бумажными вкладышами.

5.2. Транспортная маркировка — по ГОСТ 14192—77 с нанесением знака опасности по ГОСТ 19433—88, класс 6, подкласс 6.2 и шифра группы — 6211, а также следующих данных, характеризующих продукцию:

наименование продукта;

номер партии;

обозначение настоящего стандарта.

Транспортная маркировка азотно-кислого бария, предназначенного для поставки на экспорт, должна производиться в соответствии с заказом-нарядом внешнеторгового объединения.

5.1; 5.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

5.3. **(Исключен, Изм. № 1).**

5.4. Азотно-кислый барий транспортируют транспортом всех видов (кроме воздушного) в крытых транспортных средствах в

соответствии с правилами перевозки опасных грузов, действующими на транспорте каждого вида.

Упакованный азотно-кислый барий формируют в пакеты. Основные параметры и размеры пакетов, а также масса брутто должны соответствовать ГОСТ 24597—81.

По железной дороге транспортирование азотно-кислого бария, сформированного в пакеты, осуществляют в крытых железнодорожных вагонах повагонными отправками или в универсальных контейнерах по ГОСТ 20435—75 на открытом подвижном составе.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

5.5. Азотно-кислый барий хранят в закрытых складских помещениях, обеспечивающих защиту продукта от попадания атмосферных осадков, не допуская контакта с органическими и горючими материалами.

6. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

6.1. Изготовитель гарантирует соответствие азотно-кислого бария требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

6.2. Гарантийный срок хранения азотно-кислого бария — один год со дня изготовления.

6.1; 6.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

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

РАЗРАБОТЧИКИ

Е. Ф. Дубрава, И. П. Книгавко, Е. В. Линник, И. Н. Кравцова

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 30.01.79 № 350

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 1713—72**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 12.1.007—76	2.1
ГОСТ 12.4.103—83	2.3
ГОСТ 244—76	4.7а.2
ГОСТ 1277—75	4.4.1; 4.6.1
ГОСТ 1770—74	4.4.1; 4.5.1; 4.6.1; 4.7.1; 4.9.1
ГОСТ 2226—88	5.1
ГОСТ 3118—77	4.4.1; 4.7.1
ГОСТ 3773—72	4.7а.2
ГОСТ 3956—76	4.4.1; 4.5.1
ГОСТ 4204—77	4.4.1; 4.5.1
ГОСТ 4212—76	4.6.1; 4.7.1; 4.7а.2; 4.7а.3.1
ГОСТ 4461—77	4.4.1; 4.6.1; 4.7.1
ГОСТ 5830—79	4.7.1
ГОСТ 6344—73	4.7а.2
ГОСТ 6709—72	4.4.1; 4.5.1; 4.6.1; 4.7.1; 4.7а.2; 4.9.1
ГОСТ 7328—82	4.4.1; 4.5.1; 4.6.1; 4.7.1; 4.7а.2; 4.8.1а; 4.9.1
ГОСТ 8777—80	5.1
ГОСТ 9147—80	4.4.1
ГОСТ 9338—80	5.1
ГОСТ 10354—82	5.1
ГОСТ 10691.1—84	4.7а.2
ГОСТ 12871—83	4.4.1
ГОСТ 14192—77	5.2
ГОСТ 14919—83	4.4.1; 4.5.1; 4.7.1; 4.9.1
ГОСТ 17811—78	5.1
ГОСТ 18225—72	5.1
ГОСТ 18300—87	4.7а.2
ГОСТ 19433—88	3.1; 5.2
ГОСТ 20292—74	4.4.1; 4.6.1; 4.7.1
ГОСТ 20435—75	5.4

Продолжение

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 24104—88	4.4.1; 4.5.1; 4.6.1; 4.7.1; 4.7а.2; 4.8.1а; 4.9.1
ГОСТ 24147—80	4.7а.2
ГОСТ 24597—81	5.4
ГОСТ 25336—82	4.4.1; 4.5.1; 4.7.1; 4.8.1а; 4.9.1
ГОСТ 27067—86	4.7.1
ТУ 6-09-5467—90	4.5.1

5. Срок действия продлен до 01.01.97 Постановлением Госстандарта СССР от 15.12.88 № 4120

6. ПЕРЕИЗДАНИЕ (март 1993 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в июне 1984 г., апреле 1986 г., декабре 1988 г. (ИУС 10—84, 7—86, 3—89)

Редактор *Л. В. Афанасьева*
Технический редактор *В. Н. Малькова*
Корректор *А. В. Прокофева*

Сдано в наб. 12.03.93. Подп. к печ. 17.05.93. Усл. п. л. 1,25. Усл. кр.-отт. 1,25. Уч.-изд. л. 1,20. Тираж 1064 экз. С 200

Почета» Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14
Гип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 153

gost.e-ecolog.ru