# ГОСТ 2149-75 Барий углекислый технический. Технические условия (с Изменениями N 1, 2, 3, 4, 5)

ГОСТ 2149-75

Группа Л14

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

БАРИЙ УГЛЕКИСЛЫЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ

Технические условия

Technical barium carbonate. Specifications

ОКП 21 4411

Срок действия с 01.01.76
до 01.01.96\*
\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_
\* Ограничение срока действия снято по протоколу N 5-94
Межгосударственного Совета по стандартизации,
метрологии и сертификации (ИУС N 11/12, 1994 год). -
Примечание изготовителя базы данных.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

В.И.Панов, Е.Ф.Дубрава, Л.С.Желтобрюх, И.П.Книгавко, Э.Б.Гитис, Г.В.Котельникова

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 17.01.75 N 88

3. ВЗАМЕН ГОСТ 2149-65

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

|  |  |
| --- | --- |
|  |  |
| Обозначение НТД, на который дана ссылка | Номер пункта, поднункта |
| ГОСТ 12.1.005-88 | 1а.1 |
| ГОСТ 12.1.007-76 | 1а.1 |
| ГОСТ 61-75 | 3.7.1 |
| ГОСТ 1277-75 | 3.4.1, 3.6.1 |
| ГОСТ 1770-74 | 3.4.1, 3.6.1, 3.7.1, 3.8.1, 3.9.1, 3.10.1 |
| ГОСТ 2226-88 | 4.1 |
| ГОСТ 3118-77 | 3.4.1, 3.6.1, 3.9.1, 3.10.1, 3.13.1 |
| ГОСТ 3760-79 | 3.9.1 |
| ГОСТ 3956-76 | 3.4.1, 3.5.1а, 3.6.1 |
| ГОСТ 4159-79 | 3.7.1 |
| ГОСТ 4204-77 | 3.4.1 |
| ГОСТ 4212-76 | 3.9.1, 3.10.1 |
| ГОСТ 4233-77 | 3.8.1 |
| ГОСТ 4328-77 | 3.8.1 |
| ГОСТ 4461-77 | 3.8.1, 3.10.1 |
| ГОСТ 4520-78 | 3.8.1 |
| ГОСТ 5457-75 | 3.10.1 |
| ГОСТ 6613-86 | 1.2, 3.12.1, 3.12а.1 |
| ГОСТ 6709-72 | 3.4.1, 3.6.1, 3.7.1, 3.8.1, 3.10.1 |
| ГОСТ 7328-82 | 3.4.1, 3.5.1а, 3.6.1, 3.7.1, 3.8.1, 3.9.1, 3.10.1, 3.12а.1, 3.13.1 |
| ГОСТ 8777-80 | 4.1 |
| ГОСТ 9147-80 | 3.4.1, 3.6.1 |
| ГОСТ 9284-75 | 3.11.1 |
| ГОСТ 10163-76 | 3.7.1 |
| ГОСТ 12026-76 | 3.13.1 |
| ГОСТ 14192-77 | 4.2 |
| ГОСТ 17811-78 | 4.1 |
| ГОСТ 18225-72 | 4.1 |
| ГОСТ 18300-87 | 3.8.1, 3.9.1 |
| ГОСТ 19360-74 | 4.1 |
| ГОСТ 19433-88 | 4.2 |
| ГОСТ 20292-74 | 3.4.1, 3.7.1, 3.8.1, 3.9.1, 3.10.1 |
| ГОСТ 21650-76 | 4.5 |
| ГОСТ 24104-88 | 3.4.1, 3.5.1а, 3.6.1, 3.7.1, 3.8.1, 3.9.1, 3.10.1, 3.12.1, 3.12а.1, 3.13.1 |
| ГОСТ 24597-81 | 4.5 |
| ГОСТ 25336-82 | 3.4.1, 3.5.1а, 3.6.1, 3.7.1, 3.8.1. 3.9.1, 3.13.1 |
| ГОСТ 26663-85 | 4.5 |
| ГОСТ 27068-86 | 3.7.1 |

5. Срок действия продлен до 01.01.96 Постановлением Госстандарта СССР от 30.03.90 N 757

6. ПЕРЕИЗДАНИЕ (июль 1990 г.) с Изменениями N 1, 2, 3, 4, 5, утвержденными в мае 1982 г., декабре 1983 г., мае 1985 г., июне 1986 г., марте 1990 г. (ИУС 6-82, 3-84, 8-85, 9-86, 7-90)

Настоящий стандарт распространяется на технический углекислый барий, предназначенный для электронной, целлюлозно-бумажной, строительных материалов, химической и других отраслей промышленности.

Формула ВаСО.

Молекулярная масса (по международным атомным массам 1971 г.) - 197,35.

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

Введен дополнительно, Изм. N 1).

1.1. По физико-химическим показателям углекислый барий должен соответствовать нормам, указанным в табл.1.

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
|  |  |  |  |  |  |
| Наименование показателя | Норма для марки |
|  | АОКП 21 44110300 | БОКП 21 44110100 | ВОКП 21 4411 0200 |
|  |  |  | 1-й сорт | 2-й сорт |
|  |  |  | 21 4411 0230 | 21 4411 0240 |
| 1. Внешний вид | Гранулы от белого до светло-серого цвета | Порошок от белого до светло-серого цвета | Порошок с наличием гранул светло-серого цвета |
| 2. Массовая доля углекислого бария, %, не менее | 99,0 | 99,0 | 99,0 | 98,0 |
| 3. Массовая доля влаги, % , не более | 0,05 | 0,1 | Не нормируется |
| 4. Массовая доля не растворимого в соляной кислоте остатка, %, не более | 0,2 | 0,2 | 0,2 | 0,3 |
| 5. Массовая доля общей серы в пересчете на сульфатион, %, не более | 0,2 | 0,2 | Не нормируется |
| 6. Массовая доля хлоридов в пересчете на хлорион, %, не более | 0,15 | 0,15 | 0,15 | 0,20 |
| 7. Массовая доля железа, %, не более | 0,005 | 0,005 | 0,005 | 0,008 |
| 8. Массовая доля суммы кальция и магния, %, не более | Не нормируется | 0,2 | Не нормируется |
| 9. Массовая доля натрия в пересчете на NaCО, %, не более | 0,8 | Не нормируется | " |
| 10. Массовая доля суммы натрия и калия, %, не более | Не нормируется | 0,2 | " |
| 11. Массовая доля стронция, %, не более | " | 0,25 | " |
| 12. Магнитные включения размером более 250 мкм | Отсутствие | Не нормируется | " |
| 13. Дисперсность продукта марки А: |  |  |  |
| массовая доля продукта, прошедшего через сито с сеткой N 1, 6К по ГОСТ 6613-86, % | 100 | Не нормируется |
| массовая доля остатка на сите с сеткой N 1, 25К по ГОСТ 6613-86, %, не более | 1 | " |
| массовая доля остатка на сите с сеткой N 08К по ГОСТ 6613-86, %, не более | 5 | " |
| массовая доля продукта, прошедшего через сито с сеткой N 01К по ГОСТ 6613-86, не более | 15 | Не нормируется |
| продукта марки Б: |  |  |  |
| массовая доля частиц размером менее 3 мкм, %, не менее | Не нормируется | 95 | Не нормируется |
| массовая доля частиц размером от 3 до 5 мкм, %, не более | " | 5 | " |
| продукта марки В: |  |  |  |  |
| массовая доля продукта, прошедшего через сито с сеткой N 2,5К по ГОСТ 6613-86, % , не менее | " | Не нормируется | 99,5 | 99,5 |

Примечания:

1. Нормы по показателям 2,4 -11 даны в пересчете на сухое вещество.

2. В углекислом барии марки А с 01.01.95 массовая доля хлоридов в пересчете на хлор-ион должна быть не более 0,05%.

(Измененная редакция, Изм. N 1, 3, 5).

1.2. (Исключен, Изм. N 5).

1.3. В зависимости от назначения углекислый барий должен изготовляться марок А, Б, В:

продукт марки А используется для производства электровакуумных изделий;

продукт марки Б используется для производства радиокерамических изделий и пьезокерамических изделий;

продукт марки В используется для стекловарения, производства керамических изделий и для других отраслей промышленности.

(Введен дополнительно, Изм. N 5).

## 1а. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

1a.1. По степени воздействия на организм человека углекислый барий в соответствии ГОСТ 12.1.007-76 относится к вредным веществам 1-го класса опасности. Предельно допустимая концентрация пыли углекислого бария в воздухе рабочей зоны производственных помещений по ГОСТ 12.1.005-88 - 0,5 мг/м. Углекислый барий пожаро- и взрывобезопасен.

1а.2. Работы с углекислым барием должны выполняться в специальной одежде, специальной обуви и предохранительных приспособлениях в соответствии с типовыми отраслевыми нормами, утвержденными в установленном порядке.

Прием пищи и курение на рабочем месте не допускаются.

1а.3. Производственные помещения и лаборатории, в которых проводятся работы с углекислым барием, должны быть оборудованы приточно-вытяжной вентиляцией для устранения пыли бария. Места пылеобразования должны быть оборудованы укрытиями с вытяжной вентиляцией.

Подготовку проб углекислого бария для анализа проводят в вытяжном шкафу.

Разд.1а. (Введен дополнительно, Изм. N 2).

## 2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Углекислый барий поставляют партиями. Партией считают продукт, однородный по своим качественным показателям, сопровождаемый одним документом о качестве, в количестве не более 70 т.

2.2. Для контроля качества углекислого бария на соответствие его показателей требованиям настоящего стандарта отбирают 2% единиц продукции, но не менее трех единиц продукции при партии, состоящей менее чем из 30 единиц.

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

2.4. Для контроля количества продукта от партии отбирают и взвешивают 20 мешков. Определяют среднюю массу мешка. Допускаемое отклонение средней массы нетто мешка от номинального значения массы, указанной на упаковке, - ±2%.

(Измененная редакция, Изм. N 5).

## 3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

3.1. Точечные пробы из мешков отбирают щупом, погружая его на  глубины. Масса точечной пробы, отобранной из мешков, не должна быть менее 200 г.

Допускается отбор проб у изготовителя пересечением потока при упаковке продукции через равные интервалы времени. Масса точечной пробы - не менее 100 г.

Отобранные точечные пробы объединяют в общую пробу, тщательно перемешивают, сокращают методом квартования до массы средней пробы около 0,4 кг. Полученную среднюю пробу помещают в чистую сухую банку с притертой пробкой или в полиэтиленовый мешочек, который заваривают.

На банку или полиэтиленовый мешочек наклеивают или прикрепляют этикетку со следующими обозначениями: наименование предприятия-изготовителя, наименование продукта, номер партии и дата отбора пробы.

(Измененная редакция, Изм. N 5).

3.2. Для проведения анализа и приготовления растворов применяют реактивы квалификации "химически чистый" или "чистый для анализа".

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

Результаты анализов округляют до последней значащей цифры нормы, промежуточные результаты параллельных определений должны содержать на одну значащую цифру больше.

Допускается применение других методов анализа, обеспечивающих установленные настоящим стандартом допускаемые расхождения между результатами параллельных определений.

При разногласиях в оценке показателя качества анализ проводят методами, указанными в настоящем стандарте.

(Измененная редакция, Изм. N 5).

3.3. Внешний вид продукта определяют визуально

3.4. Определение массовой доли углекислого бария

3.4.1. Аппаратура, реактивы и растворы:

весы лабораторные по ГОСТ 24104-88\* 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г;
\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_
\* На территории Российской Федерации действует ГОСТ 24104-2001, здесь и далее по тексту. - Примечание изготовителя базы данных.

гири по ГОСТ 7328-82\*;
\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_
\* На территории Российской Федерации действует ГОСТ 7328-2001, здесь и далее по тексту. - Примечание изготовителя базы данных.

электропечь муфельная типа СНОЛ 1, 6, 2, 3, 1/9-ИЧ, обеспечивающая температуру нагрева 800-900 °С;

пипетка 2-2-25 по ГОСТ 20292-74\*;
\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_
\* На территории Российской Федерации действуют ГОСТ 29169-91, ГОСТ 29227-91-ГОСТ 29229-91, ГОСТ 29251-91-ГОСТ 29253-91, здесь и далее по тексту. - Примечание изготовителя базы данных.

стакан Н-1- 400ТС по ГОСТ 25336-82;

цилиндры 1-10, 1-25, 1-250 по ГОСТ 1770-74;

тигли низкие 4 или 5 по ГОСТ 9147-80;

эксикатор по ГОСТ 25336-82;

фильтр обеззоленный "синяя лента";

силикагель технический по ГОСТ 3956-76, высушенный при 150-180 °С, или кальций хлористый, прокаленный при 250-300 °С;

кислота соляная по ГОСТ 3118-77;

кислота серная по ГОСТ 4204-77, раствор с массовой долей 10%;

серебро азотнокислое по ГОСТ 1277-75, раствор с массовой долей 1%;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

(Измененная редакция, Изм. N 5).

3.4.2. 25 см раствора, полученного в соответствии с п.3.6.2, отбирают пипеткой в стакан вместимостью 400 см, прибавляют 175 см воды, 2 см соляной кислоты, кипятят в течение 3 мин, после чего приливают медленно, по каплям, при постоянном перемешивании 20 смгорячего раствора серной кислоты. Выпавший осадок сернокислого бария отстаивают на теплом месте не менее 2 ч, фильтруют через два плотных обеззоленных фильтра, промывают нагретой до кипения водой до отрицательной реакции на ион хлора (проба с AgNO). Фильтр с осадком помещают в предварительно прокаленный до постоянной массы фарфоровый тигель, осторожно, без воспламенения фильтра озоляют, прокаливают при температуре 800-850 °С до постоянной массы, и после охлаждения в эксикаторе взвешивают (результат в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака).

(Измененная редакция, Изм, N 5).

3.4.3. Обработка результатов

Массовую долю углекислого бария () в процентах вычисляют по формуле

,

где  - масса навески углекислого бария, г;

 - масса прокаленного осадка сернокислого бария, г;

0,8455 - коэффициент пересчета массы сернокислого бария на углекислый барий;

 - массовая доля влаги, определенная по п.3.5, %.

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

(Измененная редакция, Изм. N 5).

3.5. Определение массовой доли влаги

3.5.1а. Аппаратура и реактивы:

весы лабораторные по ГОСТ 24104-88 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г;

гири Г-2-210 по ГОСТ 7328-82;

шкаф сушильный, обеспечивающий температуру нагрева 80-200 °С;

эксикатор по ГОСТ 25336-82;

стаканчики для взвешивания по ГОСТ 25336-82;

силикагель технический по ГОСТ 3956-76, высушенный при 150-180 °С, или кальций хлористый по нормативно-технической документации, прокаленный при 250-300 °С.

(Измененная редакция, Изм. N 5).

3.5.1. Проведение анализа

В стаканчике для взвешивания, предварительно высушенном при 105-110 °С до постоянной массы, взвешивают 20,0-20,5 г углекислого бария (результат в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака). Стаканчик с навеской высушивают при 105-110 °С до постоянной массы и после охлаждения в эксикаторе взвешивают (результат в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака).

3.5.2. Обработка результатов

Массовую долю влаги () в процентах вычисляют по формуле

,

где  - масса навески углекислого бария, г;

 - масса стаканчика для взвешивания с навеской до высушивания, г;

 - масса стаканчика для взвешивания с навеской 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 0,95.

3.5.1, 3.5.2. (Измененная редакция, Изм. N 5).

3.6. Определение массовой доли не растворимого в соляной кислоте остатка

3.6.1. Аппаратура, реактивы и растворы:

весы лабораторные по ГОСТ 24104-88 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г;

гири по ГОСТ 7328-82;

электропечь муфельная типа СНОЛ 1, 6, 2, 5, 1/9-ИЧ, обеспечивающая температуру нагрева 800-900 °С;

колба 1-500-2 по ГОСТ 1770-74;

цилиндры 1-25, 1-100 по ГОСТ 1770-74;

тигли низкие 4 или 5 по ГОСТ 9147-80;

эксикатор по ГОСТ 25336-82;

стаканчик для взвешивания по ГОСТ 25336-82;

фильтр обеззоленный "синяя лента";

силикагель технический по ГОСТ 3956-76, высушенный при 150-180 °С, или кальций хлористый, прокаленный при 250-300 °С;

кислота соляная по ГОСТ 3118-77;

серебро азотнокислое по ГОСТ 1277-75, раствор с массовой долей 1%;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

3.6.2. Проведение анализа

Взвешивают 10,0-10,5 г углекислого бария (результат в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака), приливают 100 см воды, 10-12 см соляной кислоты, нагревают до кипения, прибавляют 50 см воды, снова нагревают до кипения и выдерживают в теплом месте не менее 1 ч. Содержимое стакана фильтруют через плотный обеззоленный фильтр, осадок промывают горячей водой до отрицательной реакции на ион хлора (проба c AgNO).

Фильтрат и промывные воды собирают в мерную колбу вместимостью 500 см, объем раствора доводят водой до метки, перемешивают и сохраняют для определения массовой доли углекислого бария и железа.

Остаток с фильтром переносят в предварительно прокаленный до постоянной массы фарфоровый тигель, высушивают, осторожно, без воспламенения фильтра, озоляют, прокаливают при температуре 800-850 °С до постоянной массы и после охлаждения в эксикаторе взвешивают (результат в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака).

3.6.1, 3.6.2. (Измененная редакция, Изм. N 3, 5).

3.6.3. Обработка результатов

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

,

где  - масса навески углекислого бария, г;

 - масса тигля с остатком после прокаливания, г;

 - масса пустого тигля, г;

 - массовая доля влаги, определенная по п.3.5, %.

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

(Измененная редакция, Изм. N 5).

3.7. Определение общей массовой доли серы в пересчете на сульфат-ион

3.7.1. Аппаратура, реактивы и растворы:

весы лабораторные по ГОСТ 24104-88 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г;

гири по ГОСТ 7328-82;

колба Кн-1-500-18ТХС по ГОСТ 25336-82;

бюретка 3-2-50 по ГОСТ 20292-74;

цилиндр 1-100 по ГОСТ 1770-74;

стаканчик для взвешивания по ГОСТ 25336-82;

йод по ГОСТ 4159-79, раствор (J)=0,01 моль/дм (0,01 н.),

приготовленный точным разбавлением раствора (J)=0,1 моль/дм (0,1 н.);

кислота уксусная по ГОСТ 61-75, раствор с массовой долей 10%;

натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия) по ГОСТ 27068-86, раствор (NaSО·5HО)=0,01 моль/дм (0,01 н.), приготовленный точным разбавлением раствора (NaSО·5HО)=0,1 моль/дм (0,1 н.);

крахмал растворимый по ГОСТ 10163-76, раствор с массовой долей 1%;

вода дистиллированная по

ГОСТ 6709-72.

3.7.2. Проведение анализа

Взвешивают 10,0-10,5 г углекислого бария (результат в граммах записывают с точностью до второго десятичного знака), переносят в коническую колбу, смачивают водой, вводят бюреткой 25-30 см раствора йода концентрации (J)=0,01 моль/дм и прибавляют небольшими порциями раствор уксусной кислоты до полного растворения навески. Избыток йода оттитровывают раствором серноватистокислого натрия в присутствии крахмала до обесцвечивания раствора.

3.7.1, 3.7.2. (Измененная редакция, Изм. N 3, 5).

3.7.3. Обработка результатов

Массовую долю серы в пересчете на сульфат-ион () в процентах вычисляют по формуле

,

где  - масса навески углекислого бария, г;

 - объем раствора йода концентрации точно (J)=0,01 моль/дм, взятый для анализа, см;

 - объем раствора серноватистокислого натрия концентрации точно (NaSО·5HО)=0,01 моль/дм, см;

0,0001603 - масса сульфид-иона, соответствующая 1 см раствора йода концентрации точно(J)=0,01 моль/дм, г;

 - массовая доля, определенная по п.3.5, %;

2,9959 - коэффициент пересчета массы S на SO;

 - массовая доля не растворимого в соляной кислоте остатка, определенная по п.3.6, %;

0,4116 - коэффициент пересчета массы BaSО на SО.

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

(Измененная

редакция, Изм. N 5).

3.8. Определение массовой доли хлоридов в пересчете на хлор-ион

3.8.1. Аппаратура, реактивы и растворы:

весы лабораторные по ГОСТ 24104-88 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г;

гири Г-3-210 по ГОСТ 7328-82;

стаканчик для взвешивания по ГОСТ 25336-82;

колба Кн-2-250-34 ТХС по ГОСТ 25336-82;

цилиндры 1-10(100) по ГОСТ 1770-74;

бюретка 3-2-5 по ГОСТ 20292-74;

кислота азотная по ГОСТ 4461-77, разбавленная 1:1, раствор плотностью 1,3 г/см и раствор (НNО)=0,1 моль/дм (0,1 н.);

натрий гидроокись по ГОСТ 4328-77, раствор (NaOH)=2 моль/дм (2 н.);

бромфеноловый синий водорастворимый (индикатор), спиртовой раствор с массовой долей 0,05%;

дифенилкарбазон (индикатор), спиртовой раствор с массовой долей 0,5%;

спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300-87;

ртуть (II) азотнокислая 1-водная по ГОСТ 4520-78, раствор концентрации (Hg(NO)·НO)=0,1 моль/дм, готовят: 17,1 г азотнокислой 1-водной ртути (II) растворяют в 500 см воды, добавляют 4 см азотной кислоты плотностью 1,3 г/см, доводят объем раствора водой до 1 дм, перемешивают, фильтруют;

поправочный коэффициент раствора азотнокислой ртути концентрации (Hg(NO)·НO)=0,1 моль/дм устанавливают по хлористому натрию в присутствии бромфенолового синего и дифенилкарбазона в условиях титрования пробы;

натрий хлористый по ГОСТ 4233-77;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

(Измененная редакци

я, Изм. N 3, 5).

3.8.2. Проведение анализа

Взвешивают 5,0-5,5 г углекислого бария (результат в граммах записывают с точностью до второго десятичного знака), переносят в коническую колбу, прибавляют 150 см воды, 10 капель бромфенолового синего и 10 см азотной кислоты, разбавленной 1:1 по объему (раствор окрашивается в желтый цвет). Далее избыток кислоты нейтрализуют раствором гидроокиси натрия, прибавляя его по каплям до окрашивания раствора в синий цвет, прибавляют раствор азотной кислоты концентрации *с* (HNO)=0,1 моль/дм до окрашивания раствора в желтый цвет, дают 5 см избытка ее, 10 капель дифенилкарбазона и титруют раствором азотнокислой ртути до окрашивания раствора в сиреневый цвет.

3.8.3. Обработка результатов

Массовую долю хлоридов в пересчете на хлор-ион () в процентах вычисляют по формуле

,

где  - масса навески углекислого бария, г;

 - объем раствора азотнокислой ртути концентрации (Hg(NO)·НO)=0,1 моль/дм, израсходованный на титрование, см;

0,003545 - масса хлор-иона, соответствующая 1 см раствора азотнокислой ртути концентрации точно (Hg(NO)·НO)=0,1 моль/дм, г;

 - поправочный коэффициент раствора азотнокислой ртути концентрации (Hg(NO)·НO)=0,1 моль/дм;

 - массовая доля влаги, определенная по п.3.5, %.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 15% , при доверительной

вероятности 0,95.

3.8.2, 3.8.3. (Измененная редакция, Изм. N 5).

3.9. Определение массовой доли железа

3.9.1. Аппаратура, реактивы и растворы:

весы лабораторные по ГОСТ 24104-88 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г;

гири Г-3-210 по ГОСТ 7328-82;

стакан Н-1-100 ТС по ГОСТ 25336-82;

цилиндры 1-10(50) по ГОСТ 1770-74;

бюретка 3-2-10 по ГОСТ 20292-74;

колбы 1-100(1000)-2 по ГОСТ 1770-74;

фотоэлектроколориметр типа ФЭК-56-М или других типов;

аммиак водный по ГОСТ 3760-79, раствор с массовой долей 10%;

2,2'-дипиридил, раствор, готовят следующим образом: 2,5 г 2,2'-дипиридила растворяют в 25 см спирта и разбавляют водой до 500 см;

кислота аскорбиновая, раствор с массовой долей 5%, который следует оберегать от воздействия света, воздуха и тепла, пригоден в течение двух недель;

раствор А, содержащий 1 мг Fe в 1 см, готовят по ГОСТ 4212-76;

рабочий раствор; готовят разбавлением водой 10 см раствора А до 1 дм (раствор Б). 1 см раствора Б содержит 0,01 мг Fe (пригоден свежеприготовленный);

кислота соляная по ГОСТ 3118-77, раствор с массовой долей 25%;

универсальная индикаторная бумага;

спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300-87;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

(Измененная редакция, Изм. N 3, 5

).

3.9.2. Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика готовят градуировочные растворы. Для этого микробюреткой в стаканы вместимостью 100 см отбирают 0,5; 1; 2; 3; 4; 5 и 6 см раствора Б, что соответствует 0,005; 0,010; 0,020; 0,030; 0,040; 0,050 и 0,060 мг Fe. В каждый стакан добавляют по 20 см воды, по 2 см раствора соляной кислоты, по 5 см раствора аскорбиновой кислоты, по 5 см раствора 2,2'-дипиридила и по 35-40 см воды; рН 3,5 полученных растворов устанавливают добавлением раствора аммиака по универсальной индикаторной бумаге. Затем растворы количественно переносят в мерные колбы вместимостью 100 см, объем их доводят до метки водой и тщательно перемешивают.

Одновременно готовят раствор сравнения, не содержащий железа: 2 см раствора соляной кислоты и 5 см раствора аскорбиновой кислоты доводят водой до метки в мерной колбе вместимостью 100 см и перемешивают. Через 30 мин измеряют оптическую плотность градуировочных растворов по отношению к раствору сравнения на фотоэлектроколориметре, применяя зеленый светофильтр (при длине волны 500-540 нм) в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм.

По полученным данным строят градуировочный график, откладывая на оси абсцисс массу железа (Fe) в миллиграммах, а на оси ординат, соответствующую ей оптическую пло

тность.

3.9.3. Проведение анализа

В зависимости от массовой доли железа отбирают в стакан вместимостью 100 см 10-50 см раствора, полученного по п.3.6.2, прибавляют воду до 50 см, 2 см раствора соляной кислоты, 5 см раствора аскорбиновой кислоты, 5 см раствора 2,2'-дипиридила, рН 3,5 раствора устанавливают добавлением водного раствора аммиака по универсальной индикаторной бумаге. Затем раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см, доводят до метки водой и тщательно перемешивают.

Одновременно готовят раствор сравнения следующим образом: 10-50 см анализируемого раствора отбирают пипеткой в мерную колбу вместимостью 100 см, прибавляют воду до 50 см, 2 см раствора соляной кислоты, 5 см раствора аскорбиновой кислоты, доводят до метки водой, перемешивают.

Через 30 мин измеряют оптическую плотность анализируемого раствора по п.3.9.2.

Массу железа в анализируемом растворе в миллиграммах находят по градуировочному гр

афику.

3.9.4. Обработка результатов

Массовую долю железа () в процентах вычисляют по формуле

,

где  - масса навески углекислого бария, г;

 - объем анализируемого раствора, взятый для фотоколориметрирования, см;

 - масса железа, найденная по градуировочному графику, мг;

 - массовая доля влаги, определенная по п.3.5, %.

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

3.9.1-3.9.4. (Измененная редакция, Изм. N 5).

3.10. Определение массовой доли кальция, магния, натрия, калия и стронция

3.10.1. Аппаратура, реактивы и растворы:

весы лабораторные по ГОСТ 24104-88 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г;

гири Г-2-210 по ГОСТ 7328-82;

спектрофотометр для пламени, работающий в эмиссионном и атомно-абсорбционном режиме в диапазоне длин волн от 400 до 800 нм;

компрессор любого типа для воздуха;

колбы 1-100-2, 1-200-2, 1-250-2 по ГОСТ 1770-74;

бюретки 3-2-25-0,1 по ГОСТ 20292-74;

ацетилен растворенный технический по ГОСТ 5457-75;

пропан-бутан (бытовой в баллоне) или газ из городской сети;

барий азотнокислый, ос.ч. 10-2, дважды перекристаллизованный, не содержащий примесей Са, Mg, Na, K и Sr, раствор с массовой долей 5% (раствор А);

кислота азотная по ГОСТ 4461-77, раствор с массовой долей 25%;

кислота соляная по ГОСТ 3118-77, раствор с массовой долей 25%;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72;

растворы массовой концентрации натрия, калия, кальция, магния и стронция 1 г/дм, готовят по ГОСТ 4212-76;

растворы массовой концентрации натрия, калия, кальция, магния и стронция 0,1 г/дм, готовят следующим образом: по 25 см растворов, приготовленных по ГОСТ 4212-76, помещают в мерную колбу вместимостью 250 см, объем раствора в колбе доводят водой до метки и тщательно перемешивают (раствор Б);

растворы сравнения массовых концентраций натрия, калия, кальция, магния и стронция 1, 2, 3, 4, 5, 6, 8, 10, 12, 14, 16 мг/дм каждого элемента, готовят следующим образом: в мерные колбы вместимостью 100 см помещают с помощью бюретки по 13,4 см раствора А и соответственно 0; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0; 8,0; 10,0; 12,0; 14,0 и 16,0 см раствора Б, доводят водой до метки и перемешиваю

т.

3.10.2. Проведение анализа

Взвешивают (1±0,1) г углекислого бария (результат в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака), помещают в стакан вместимостью 200 см и растворяют в 30 см воды и 3 см раствора азотной кислоты при нагревании до (60±10) °С. После охлаждения раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 200 см, объем раствора в колбе доводят до метки водой и тщательно перемешивают.

Подготовку прибора к измерению проводят согласно инструкции к прибору.

Определение проводят с использованием спектральных линий по натрию - 589,0 нм, по кальцию - 422,7 нм, по калию - 769,0 нм, по стронцию - 460,7 нм в эмиссионном режиме. Кальций и стронций определяют в пламени ацетилен-воздух и магний при 285,2 нм в абсорбционном режиме. Нулевую линию прибора устанавливают по воде.

Определение проводят по градуировочному графику (способ 1) или с применением ограничивающих растворов (способ 2).

При определении по первому способу после подготовки прибора проводят фотометрирование воды, применяемой для приготовления всех растворов, а затем проводят фотометрирование контрольного (фонового) и анализируемого растворов, а также растворов сравнения в порядке возрастания массовой концентрации элемента.

После этого проводят фотометрирование в обратной последовательности, начиная с раствора с максимальной массовой концентрации элемента, учитывая в качестве поправки отсчет, полученный при фотометрировании контрольного (фонового) раствора. Вычисляют среднее значение интенсивности для каждого раствора. По полученным данным для растворов сравнения строят градуировочные графики, откладывая на оси ординат показания регистрирующего устройства, а на оси абсцисс - массовую концентрацию определяемых элементов в миллиграммах на кубический дециметр.

Массовую концентрацию примесей в анализируемой пробе находят по градуировочному графику, учитывая поправку контрольного опыта (за поправку принимают отсчет, полученный при измерении контрольного раствора по градуировочному графику).

При определении массовой доли элемента по второму способу выбирают два раствора сравнения - один большей, другой меньшей массовой концентрации определяемого элемента по сравнению с анализируемым раствором. Массовая концентрация элемента во всех трех растворах должна быть одного порядка. Фотометрируют контрольный (фоновый) раствор, раствор сравнения меньшей массовой концентрации, анализируемый раствор, затем раствор сравнения большей массовой концентрации, регистрируют величину сигнала, учитывая поправку на величину сигнала контрольного опыта.

3.10.3. Обработка результатов

При определении по первому способу массовую долю примесей натрия, калия, кальция, стронция и магния () в процентах вычисляют по формуле

,

где  - массовые концентрации определяемых элементов, найденные по градуировочным графикам, мг/дм;

 - масса навески, г;

 - массовая доля влаги, определенная по п.3.5, %.

При определении по второму способу массовую долю примесей натрия, калия, кальция, стронция и магния ( ) в процентах вычисляют по формуле

,

где  и  - массовые концентрации определяемых элементов в растворах сравнения (), мг/дм;

 - показания регистрирующего устройства для анализируемого раствора;

 и  - показания регистрирующего устройства для растворов сравнения ( - для раствора большей массовой концентрации элемента);

 - массовая доля влаги, определенная по п.3.5, %;

 - масса навески, г.

Массовую долю натрия в пересчете на NaCО () в процентах вычисляют по формуле

 или .

Суммарную массовую долю Са и Mg () в процентах вычисляют по формуле

,

где  - массовая доля кальция, %;

 - массовая доля магния, %.

Суммарную массовую долю Na и K () в процентах вычисляют по формуле

,

где  - массовая доля натрия, %;

 - массовая доля калия, %.

Примечание. При массовой концентрации в анализируемом продукте определяемого элемента больше 16 мг/дм следует применять более разбавленные анализируемые растворы, сохраняя указанную шкалу рабочих растворов.

При этом готовится новая серия рабочих растворов и фоновый раствор с добавлением раствора азотнокислого бария (раствор А) с массовой долей 5% в количестве, соответствующем содержанию бария в разбавленном анализируемом растворе.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 15% , при доверительной вероятности 0,95.

3.10.1-3.10.3. (Измененная редакция, Изм. N 5).

3.11. Определение дисперсности продукта марки Б

3.11.1. Аппаратура и реактивы:

микроскоп поляризационный МИН-8; настраивают микроскоп в соответствии с инструкцией: устанавливают объектив с увеличением 60\* и измерительный окуляр с линейкой, увеличение 7\*. Цена деления шкалы линейки - 3 мкм;

стекла предметные по ГОСТ 9284-75;

палочка стеклянная диаметром 5-7 мм;

масло вакуумное ВИ-1 или ВТ-4.

3.11.2. Проведение анализа

Кончиком стеклянной палочки берут небольшое количество углекислого бария марки Б, переносят на предметное стекло, добавляют 1-2 капли масла и перемешивают продукт с маслом стеклянной палочкой. После этого смесь с помощью стеклянной палочки равномерно распределяют по стеклу до получения тонкого слоя.

Готовый препарат помещают в препаратоводитель поляризационного микроскопа так, чтобы объектив микроскопа приходился на верхний правый (левый) край. Препарат перемещают в вертикальном (горизонтальном) направлении на произвольные отрезки до противоположного края препарата, проводят измерение и считают моночастицы, приходящиеся на шкалу линейки окуляра, в интервалах менее 3 мкм, 3-5 мкм, более 5 мкм.

Подсчет ведется по всей площади препарата, пока общее количество пересчитанных частиц не достигнет 1000.

3.11.3. Обработка результатов

Массовую долю частиц менее 3 мкм () и 3-5 мкм () в процентах вычисляют по формулам:

,

,

где  - число частиц менее 3 мкм, шт.;

 - число частиц 3-5 мкм, шт.;

1000 - число (сумма) всех частиц, шт.

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

3.11-3.11.3. (Измененная редакция, Изм. N 5).

3.12. Определение дисперсности продукта марки А

3.12.1. Аппаратура:

установка, лабораторная модель 029М;

сита с сетками N 1,6К; 1,25К; 08К; 01К по ГОСТ 6613-86;

собирают набор сит (снизу вверх): поддон, сита с сетками N 01К; 08К; 1,25К; 1,6К, крышка;

весы лабораторные по ГОСТ 24104-88 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г;

часовые стекла.

3.12.2. Проведение анализа

Взвешивают (100+1) г углекислого бария (результат записывают до целых) и помещают на верхнее сито набора. Сита закрывают крышкой, закрепляют на установке и просеивают в течение (10±1) мин.

Остатки с сит с сетками N 1,6К; 1,25К; 08К и продукт, прошедший через сито с сеткой N 01К, количественно переносят на предварительно тарированные часовые стекла и взвешивают (результат записывают с точностью до первого десятичного знака).

3.12.3. Обработка результатов

Массовую долю продукта, прошедшего через сито с сеткой N 1,6К, () в процентах вычисляют по формуле

,

где  - масса навески, г;

 - масса остатка на сите с сеткой N 1,6К, г.

Массовую долю остатков на сите с сеткой N 1,25К, 08К и продукта, прошедшего через сито с сеткой N 01К, () в процентах вычисляют по формуле

,

где  - масса остатка на сите N 1,25К или 08К, или продукта, прошедшего через сито с сеткой N 01К, г;

 - масса навески, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,5% , при доверительной вероятности 0,95.

3.12-3.12.3. (Измененная редакция, Изм. N 5).

3.12а. Определение дисперсности продукта марки В

3.12а.1. Аппаратура:

сито с сеткой N 2,5К по ГОСТ 6613-86; сито вставляют в поддон;

весы лабораторные по ГОСТ 24104-88 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г;

гири по ГОСТ 7328-82;

часовое стекло.

3.12а.2. Проведение анализа

Взвешивают (100±1) г углекислого бария (результат записывают до целых), помещают на сито с сеткой N 2,5К, накрывают крышкой и просеивают вручную в течение 2-3 мин.

Взвешивают часовое стекло (результат записывают с точностью до первого десятичного знака), количественно переносят на него продукт, прошедший через сито с сеткой N 2,5К, и взвешивают (результат записывают с точностью до первого десятичного знака).

3.12а.3. Обработка результатов

Массовую долю продукта, прошедшего через сито с сеткой N 2,5К, () в процентах вычисляют по формуле

,

где  - масса продукта, прошедшего через сито с сеткой N 2,5К, г;

 - масса навески, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,5% , при доверительной вероятности 0,95.

3.12а-3.12а.3. (Введены дополнительно, Изм. N 5).

3.13. Определение магнитных включений

3.13.1. Аппаратура и реактивы:

весы лабораторные по ГОСТ 24104-88 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г;

гири Г-3-210 по ГОСТ 7328-82;

ручной магнит типа ПМ-5 или любой другой, обладающий магнитной индукцией не ниже 0,12 Тл;

сушильный шкаф, позволяющий регулировать температуру в диапазоне 80-200 °С;

стакан Н-1-100 ТС по ГОСТ 25336-82;

бумага фильтровальная по ГОСТ 12026-76 средней плотности;

кислота соляная по ГОСТ 3118-77, х.ч., разбавленная 1:1 (по объему).

(Измененная редакция, Изм. N 5).

3.13.2. Проведение анализа

100 г средней пробы углекислого бария распределяют тонким слоем на листе кальки размером 200х500 мм. По поверхности углекислого бария несколько раз перемещают ручной магнит, обернутый калькой. Отобранные магнитные частицы переносят на чистый лист кальки. Перемещение магнита по пробе продолжается до прекращения извлечения магнитных частиц.

Для растворения углекислого бария, обволакивающего магнитные частицы, все собранные магнитом частицы переносят в стакан, приливают 50 см раствора соляной кислоты и кипятят в течение 40-45 мин, постоянно приливая дистиллированную воду до объема 50 см.

Очищенные от углекислого бария частицы магнитных включений отфильтровывают на фильтр, промывают три раза по 3-5 см воды, нагретой до кипения, и сушат в сушильном шкафу при 105-110 °С в течение часа. Высушенный фильтр разворачивают, содержимое с фильтра переносят магнитом на сито с сеткой N 025К и просеивают при помощи мягкой кисточки в течение 5-10 мин.

(Измененная редакция, Изм. N 2, 5).

3.13.2.1, 3.13.2.2. (Исключены, Изм. N 2).

3.13.2.3. Продукт считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если при проведении пяти параллельных определений на сите отсутствует остаток частиц магнитных включений в трех определениях.

(Измененная редакция, Изм. N 2).

## 4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

4.1. Углекислый барий упаковывают в полиэтиленовые мешки по ГОСТ 17811-78, вложенные в четырехслойные бумажные мешки марки НМ по ГОСТ 2226-88 или в бумажные мешки марки НМ по ГОСТ 2226-88 с вложенными пленочными мешками-вкладышами по ГОСТ 19360-74, или в пятислойные бумажные мешки марки ПМ по ГОСТ 2226-88.

Углекислый барий, поставляемый на экспорт, упаковывают в полиэтиленовые мешки по ГОСТ 17811-78, вложенные в пятислойные непропитанные бумажные мешки по ГОСТ 2226-88или в льно-джуто-кенафные мешки по ГОСТ 18225-72. Масса нетто не более 50 кг.

По согласованию с потребителем допускается упаковывание углекислого бария в полиэтиленовые мешки по ГОСТ 17811-78 или пленочные мешки-вкладыши по ГОСТ 19360-74, вложенные в сухотарные деревянные бочки по ГОСТ 8777-80, массой нетто не более 150 кг, в специализированные контейнеры одноразового использования типа МКР-1, ОС по нормативно-технической документации.

Бумажный, полиэтиленовый мешок и вкладыш подворачивают и прошивают машинным способом.

(Измененная редакция, Изм. N 3).

4.2. Транспортная маркировка - по ГОСТ 14192-77\* с нанесением знака опасности по ГОСТ 19433-88 (классификационный шифр 6163), регистрационного номера ООН 1564, надписи "ВРЕДНО. Хранить вдали от пищевых продуктов". Наносят следующие обозначения:
\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_
\* На территории Российской Федерации действует ГОСТ 14192-96. - Примечание изготовителя базы данных.

а) наименование, марку и сорт продукта;

б) номер партии;

в) обозначение настоящего стандарта.

4.3. Углекислый барий для экспорта маркируют в соответствии с заказом-нарядом внешнеторгового объединения.

4.2, 4.3. (Измененная редакция, Изм. N 3, 5).

4.4. (Исключен, Изм. N 1).

4.5. Углекислый барий транспортируют транспортом любого вида (кроме воздушного) в крытых транспортных средствах в соответствии с правилами перевозки опасных грузов, действующими на транспорте данного вида.

Углекислый барий, упакованный в мешки или бочки, формируют в транспортные пакеты. Средства скрепления - по ГОСТ 21650-76 или ГОСТ 26663-85 (в случае применения плоских поддонов). Габаритные размеры и масса брутто транспортного пакета должны соответствовать ГОСТ 24597-81.

Специализированные мягкие контейнеры по железной дороге перевозят в крытых железнодорожных вагонах в два яруса в соответствии с условиями размещения и крепления грузов, утвержденными Министерством путей сообщения СССР.

По железной дороге углекислый барий транспортируют повагонными отправками.

Допускается транспортирование углекислого бария, поставляемого на экспорт и упакованного в мешки 50 кг и (или) контейнеры МКР-1, ОС, в большегрузных контейнерах ММФ/МПС при условии заполнения этих контейнеров заводом-изготовителем.

(Измененная редакция, Изм. N 3, 5).

4.6. Углекислый барий хранят в закрытых складских помещениях, отдельно от других продуктов с соблюдением правил хранения опасных грузов.

Временное хранение заполненных контейнеров и транспортных пакетов производится в крытых складских помещениях до трех ярусов по высоте.

(Измененная редакция, Изм. N 3).

## 5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

5.1. Изготовитель гарантирует соответствие углекислого бария требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

(Измененная редакция, Изм. N 3).

5.2. Гарантийный срок хранения углекислого бария - два года со дня изготовления.

(Измененная редакция, Изм. N 2).

Разд.6. (Исключен, Изм. N 2).