

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

БАРИЙ СЕРНОКИСЛЫЙ ДЛЯ БАРИТОВАНИЯ БУМАГ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ΓΟCT 5694-77

Издание официальное

63 7-95

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ Москва

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

БАРИЙ СЕРНОКИСЛЫЙ ДЛЯ БАРИТОВАНИЯ БУМАГ

Технические условия

ΓΟCT 5694-77

Barium sulphate for barytasion of paper. Specifications

ОКП 12 4112

Дата введения 01.01.78

Настоящий стандарт распространяется на сернокислый барий для баритования бумаг, предназначенный для химико-фотографической, целлюлозно-бумажной, полиграфической и других отраслей промышленности.

Формула ВаSO₄.

Молекулярная масса (по международным атомным массам 1977 г.) — 233,39.

Требования настоящего стандарта являются обязательными. (Измененная редакция, Изм. № 3).

1. МАРКИ И ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

- 1.1. Сернокислый барий для баритования бумаг должен быть изготовлен в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порялке.
- 1.2. В зависимости от назначения и содержания примесей сернокислый барий выпускается марок А и Б:
- А для производства баритованной основы фотобумаги и для поверхностной проклейки бумажных основ;
 - Б для производства мелованных бумаг и других целей.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1977 © ИПК Издательство стандартов, 1996 Переиздание с изменениями

1.3. По физико-химическим показателям сернокислый барий должен соответствовать нормам, указанным в табл. 1.

Таблица 1

	Норыд для марки	
Напменование показателя	A OKII 21 4112 0200	Ь ОКП 21 4112 0300
1. Внешний вид	Паста белого цвета	
 Белизна, %, не менее Массовая доля влаги, %, в пределах Массовая доля сернокислого бария (BaSO₄), 	97 25—30	97 25—30
 массовая доля водорастворимых сернокис- лых солей в пересчете на SO₄². не более 	98,5	98,0
лых солей в пересчете на 50 ₄ , %, не волее б. Массовая доля хлористых солей в пересчете на хлор-ион, %, не более	0,1	0,1
7. Массовая доля железа в пересчете на Fe_2O_3 , %, не более	0,002	0,005
 Содержание веществ, восстанавливающих КМпО₄ 	Выдерживает испытание по п. 3.10	
 Содержание сернистых, серноватистых и сернистокислых соединений 	Отсутствие	
 Остаток на сетке после просева (№ 008 по ГОСТ 6613), %, не более 	0,01	0,01
11. Количество металлических вкраплений (железа и меди) на площади 15×15 см 2 , шт., не более	5	Не нормируется
12. Зеряистость	Выдерживает испытание по п. 3.14	
13. Размер частип, мкм, не более	1	Не нормируется

- Нормы по показателям 2, 4, 5, 6, 7, 10, 11 и 12 даны из расчета на сухой продукт.
 Нормы по показателям 5, 6, 8, 11 даны только для сернокислого бария, применяемого для производства баритованной основы фотобумаги.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

1.4. (Исключен, Изм. № 2).

2а. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

Сернокислый барий не ядовит, пожаро- и взрывобезопасен. Разд. 2а. (Введен дополнительно, Изм. № 2).

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

 Сернокислый барий принимают партиями. Партией считают продукт, однородный по своим качественным показателям, сопровождаемый одним документом о качестве, в количестве не более 20 т.

Документ о качестве должен содержать:

наименование предприятия-изготовителя и его товарный знак; наименование и марку продукта;

номер партии;

дату изготовления;

массу нетто;

обозначение настоящего стандарта;

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

(Измененная редакция, Изм. № 1).

- 2.2. Для проверки качества сернокислого бария на соответствие его показателей требованиям настоящего стандарта отбирают 10 % единиц продукции, но не менее трех при малых партиях, состоящих менее чем из 30 единиц.
- 2.3. При получении неудовлетворительных результатов анализа хотя бы по одному из показателей проводят повторный анализ на удвоенной выборке. Результаты повторного анализа распространяются на всю партию.
- Показатели по пп. 5, 6, 8, 11 табл. 1 определяются изготовителем периодически не реже одного раза в квартал.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

з. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

3.1. Отбор проб

3.1.1. Точечные пробы из мешков отбирают алюминиевым щупом сверху, из середины и со дна, снимая каждый раз со щупа нижний слой продукта высотой 10—15 см.

Отобранные точечные пробы соединяют в общую пробу, тщательно перемешивают и сокращают методом квартования до массы средней пробы около 1 кг.

Полученную среднюю пробу помещают в чистую сухую стеклянную банку с притертой пробкой или полиэтиленовый мешочек, который заваривают.

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

(Измененная редакция, Изм. № 1).

- Для проведения анализа и приготовления растворов применяют реактивы квалификации х. ч. и ч. д. а.
 - 3.3. Внешний вид продукта определяют визуально.
- Определение белизны (коэффициента отражения в зеленой области спектра \(\lambda = 522 \) нм)

3.4.1. Annapamypa

Лейкометр Цейсса или другой прибор, позволяющий измерять коэффициент отражения порошкообразных материалов.

Шкаф электрический сушильный, обеспечивающий температуру нагрева (120±5) °C.

Ступка фарфоровая по ГОСТ 9147.

3.4, 3.4.1. (Измененная редакция, Изм. № 2).

3.4.2. Проведение анализа

Сернокислый барий высушивают при 120 °С до достижения постоянной массы по п. 3.5, тщательно растирают в ступке и полученным порошком заполняют металлическую кювету, входящую в комплект деталей прибора.

Нажимом стеклянной пластинки уравнивают поверхность порошка с плоскостью края кюветы. Поверхность пробы должна быть однородной. Затем проводят настройку прибора и измерения.

При использовании лейкометра Цейсса степень белизны в процентах определяют непосредственно по измерительному барабану, который показывает коэффициент отражения пробы для используемого светофильтра. При определении степени белизны на компараторе цвета ФКЦШ-М измерения производят методом последовательного сопоставления коэффициентов отражения исследуемого образца и образца сравнения с третьим вспомогательным образцом, близким по цвету к первым двум. Измерения производят при зеленых светофильтрах (№ 2 и 5).

Полученные отсчеты представляют собой отношения коэффициентов отражения двух сравниваемых образцов.

3.4.3. Обработка результатов

Белизну (X) сернокислого бария, выраженную в процентах по отношению к коэффициенту отражения абсолютного отражателя, принимаемую за 100 %, вычисляют по формуле

$$X \simeq \frac{(n_2 + n_5) \rho}{2 \cdot 100}$$

где р — коэффициент отражения образца сравнения;

п₂, п₅ — отсчеты по шкале измерительной диафрагмы при светофильтрах соответственно № 2 и 5;

2 — количество измерений.

За результат анализа принимают среднее арифметическое резуль-

татов двух параллельных определений (округленных до первого десятичного знака), абсолютное значение расхождения между которыми не превышает значение допускаемого расхождения, равное 0.7%, при доверительной вероятности P=0.95.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.5. Определение массовой доли влаги

3.5.1a. Annapamypa

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 3-го класса точности.

Гири Г-3-210 по ГОСТ 7328.

Шкаф электрический сушильный, обеспечивающий температуру нагрева (120±5) °C и 150—180 °C.

Эксикатор по ГОСТ 25336.

Стаканчики для взвешивания по ГОСТ 25336.

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

3.5.1. Проведение анализа

30 г пасты сернокислого бария взвешивают в стаканчике для взвешивания, предварительно высушенном и взвешенном, и сущат при 120 °C до достижения постоянной массы, охлаждают в эксикаторе над силикагелем (результаты взвешивания в граммах записывают с точностью до второго десятичного знака).

3.5.2. Обработка результатов

Массовую долю влаги (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 \simeq \frac{(m_1 + m_2) - 100}{m}$$
,

где m₁ — масса стаканчика для взвешивания с пастой сернокислого бария до высущивания, г;

та — масса стаканчика для взвешивания с пастой сернокислого бария после высущивания, г;

т — масса навески пасты сернокислого бария, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное значение расхождения между которыми не превышает значение допускаемого расхождения, равное 2,9 %, при доверительной вероятности P=0,95.

3.5.—3.5.2. (Измененная редакция, Изм. № 2).

3.6. Определение массовой доли сернокислого бария

3.6.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 2-го и 3-го классов точности. Гири Γ -2—210 и Γ -3—210 по ГОСТ 7328. Электропечь муфельная, обеспечивающая температуру нагрева 600—650 °C и 800—850 °C.

Эксикатор по ГОСТ 25336.

Ступка фарфоровая с пестиком по ГОСТ 9147.

Стаканы (B-1—250, 300, 500) ТС по ГОСТ 25336 или аналогичного типа. Тигли низкие 3 или 4 по ГОСТ 9147 или аналогичного типа.

Колба мерная 1-1000-2 по ГОСТ 1770 или аналогичного типа.

Цилиндры мерные 1-100, 1-250(500) по ГОСТ 1770.

Шкаф сушильный, позволяющий регулировать температуру в диапазоне 100—200 °C.

Пипетка вместимостью 1 см³.

Стаканчики для взвешивания по ГОСТ 25336.

Фильтр обеззоленный типа «синяя лента».

Кислота соляная по ГОСТ 3118 плотностью 1,19 г/см3.

Кислота серная по ГОСТ 4204.

Смесь соляной кислоты с массовой долей 10 % и серной кислоты с массовой долей 0,1 %; готовят следующим образом: 242,3 см³ соляной кислоты растворяют в 500 см³ воды, приливают 0,6 см³ серной кислоты и доводят объем раствора водой до 1 дм³.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, раствор с массовой долей 1 %. Силикагель технический по ГОСТ 3956, высущенный при 150— 190 °C.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.6.2. Проведение анализа

Около 5 г сернокислого бария, высушенного по п. 3.5, тщательно растирают в ступке, помещают в фарфоровый тигель и высушивают в муфельной печи при температуре 550—600 °C до постоянной массы, охлаждая тигель в эксикаторе над силикагелем.

2 г высушенного при 550—600 °С и тщательно растертого сернокислого бария взвешивают (результат в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака), помещают в высокий стакан вместимостью 300 см³, приливают 75 см³ раствора смеси кислот и осторожно кипятят при перемешивании в течение 15 мин, добавляя воду, нагретую до кипения, до первоначального объема. Затем фильтруют через плотный двойной фильтр «синяя лента», промывают водой, нагретой до кипения, до отрицательной реакции на ион хлора. Промытый осадок с фильтром помещают в предварительно прокаленный и взвешенный тигель, медленно, без воспламенения (при хорошем доступе воздуха) озоляют и прокаливают при температуре 800—850 °С до постоянной массы, охлаждают в эксикаторе над силикагелем, и взвешивают, записывая результат в граммах с точностью до четвертого десятичного знака.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.6.3. Обработка результатов

Массовую долю сернокислого бария (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{m_1 - 100}{m} ,$$

где m_1 — масса остатка после прокаливания, г;

т — масса навески сернокислого бария, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух парадлельных определений, абсолютное значение расхождения между которыми не превышает значение допускаемого расхождения, равное 0,20 %, при доверительной вероятности P=0,95.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

 Определение массовой доли водорастворимых сернокислых солей в пересчете на SO₄²

3.7.1. Аппаратура, реактивы и растворы

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

Гири Г-2-210 и Г-3-210 по ГОСТ 7328.

Колбы мерные 1-100, 500(1000) - 2 по ГОСТ 1770.

Бюретки вместимостью 25 cm^3 с ценой деления 0.1 cm^3 и 5 cm^3 с ценой деления 0.01 cm^3 .

Пипетки вместимостью 25 и 50 см3.

Стакан Н-1-500 ТС по ГОСТ 25336 или аналогичного типа.

Ступка фарфоровая с пестиком по ГОСТ 9147.

Цилиндры мерные 1-10 (25, 100, 250, 500) по ГОСТ 1770.

Колба коническая вместимостью 500 см3 по ГОСТ 25336.

Воронка лабораторная по ГОСТ 25336.

Фильтр обеззоленный типа «синяя лента».

Кислота соляная по ГОСТ 3118, плотность 1,19 г/см3.

Барий хдористый по ГОСТ 4108, раствор концентрации

 $c(^{1}/_{2} BaCl_{2}) = 0,1 моль/дм^{3}.$

Аммиак водный по ГОСТ 3760, раствор с массовой долей 25 %.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773.

Цинк по ГОСТ 3640 марки ЦВили ЦО (для установления титра раствора трилона Б), раствор концентрации c (Zn^{2*}) = 0,05 моль/дм³; готовят по ГОСТ 10398.

Буферный раствор (1) с pH 9,5—10 (для установления титра раствора трилона Б); готовят следующим образом: 54 г хлористого ам-

мония растворяют в 200 см³ воды, к полученному раствору прибавляют 350 см³ аммиака и доводят объем раствора водой до 1 дм³.

Магний хлористый 6-водный по ГОСТ 4209.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300 высшего сорта.

Хром темно-синий (индикатор) по ГОСТ 14091; раствор готовят следующим образом: 0,5 г индикатора растворяют, растирая в 10 см³ аммиачного буферного раствора (I), и объем раствора доводят этиловым спиртом до 100 см³.

Буферный раствор с комплексонатом магния (II); готовят следующим образом: 35 г хлористого аммония растворяют в 200 см³ воды и к этому раствору прибавляют 2,5 г хлористого магния и 4,5 г трилона Б, затем добавляют 700 см³ раствора аммиака и разбавляют водой до 1 дм³.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, раствор концентрации, c ($C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8$: $2H_2O$) = 0,05 моль/дм³; готовят по ГОСТ 10398—76, титр раствора трилона Б (t) устанавливают по раствору цинка по ГОСТ 10398, разд. 3.

Метиловый красный (индикатор), спиртовой раствор с массовой долей 0,1 %.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233.

Калий хлористый по ГОСТ 4234.

Эриохром черный Т (хромоген черный ЕТ-00), индикаторная смесь; готовят следующим образом: 0,25 г индикатора растирают в ступке с 25 г хлористого натрия или хлористого калия, взвешивают (результат в граммах записывают с точностью до второго десятичного знака).

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.7.2. Проведение анализа

Пасту, содержащую 100 г сернокислого бария (из расчета на сухое вещество), взвешивают в стакане или на часовом стекле с переносом в стакан (результат в граммах записывают с точностью до второго десятичного знака), просушивают на воздушной бане или на электроплитке закрытого типа, покрытой асбестом, 1 ч (до образования комков). Затем приливают 300 см³ воды, нагретой до кипения, размешивают до образования однородной массы и кипятят в течение 15 мин при перемешивании. Содержимое стакана охлаждают и переводят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доводят до метки водой, тщательно перемешивают и после отстаивания фильтруют через

плотный беззольный фильтр «синяя лента», отбрасывая первые порции фильтрата (фильтрат А).

В две конические колбы вместимостью 500 см³ отбирают пипеткой по 50 см³ фильтрата, добавляют по одной капле раствора метилового красного и раствор нейтрализуют соляной кислотой до кислой реакции. Оставшуюся часть фильтрата А используют для определения хлоридов. Раствор в первой колбе нагревают до кипения, приливают из бюретки 10 см³ раствора хлористого бария и снова кипятят 2— 3 мин.

По истечении 15 мин раствор охлаждают, разбавляют водой до 150 см³, добавляют 10 см³ буферного раствора с комплексонатом магния (II), 7—8 капель раствора хром темно-синего и титруют из микробюретки раствором трилона Б до перехода окраски раствора из розовато-малиновой в синюю. Раствор во второй колбе разбавляют водой до 150 см³, приливают из микробюретки раствор трилона Б в количестве, израсходованном на предыдущее титрование, 10 см³ буферного раствора (II) и перемешивают. Затем из бюретки приливают 10 см³ раствора хлористого бария, 7—8 капель раствора хром темносинего и дотитровывают из микробюретки раствором трилона Б до перехода окраски раствора из розовато-малиновой в синюю.

(Изменениая редакция, Изм. № 2).

3.7.3. Обработка результатов

Массовую долю водорастворимых сернокислых солей в пересчете на $SO_4^{2-}(X_3)$ в процентах вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{(V_2 - V_1) \ t \ 0.0048 \cdot 500 \ 100 \ 0.9559 \ 100}{m \ 50 \ (100 - X_1)} \ ,$$

- где V_I объем раствора трилона Б молярной концентрации 0,05 моль/дм³, израсходованный на титрование пробы в первой колбе, см³;
 - V₂ объем раствора трилона Б молярной концентрации 0,05 моп√лм³, израсходованный на титрование пробы во второй колбе, см³;
 - титр раствора трилона Б молярной концентрации 0.05 моль/дм³;
- 0,0048 масса сульфатов (SO₄²⁻), соответствующая 1 см³ раствора трилона Б молярной концентрации точно 0,05 моль/дм³, г;
- 0,9559 поправочный коэффициент на объем, занимаемый осадком сернокислого бария;
 - X_1 массовая доля влаги, определенная в соответствии с п. 3.5, %;
 - т масса навески пасты сернокислого бария, г.
 - За результат анализа принимают среднее арифметическое резуль-

татов двух параллельных определений, относительное значение расхождения между которыми не превышает значение допускаемого расхождения, равное 20 %, при доверительной вероятности P=0,95.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.8. Определение массовой доли хлористых солей в пересчете на хлор-ион

3.8.1. Аппаратура, реактивы и растворы

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

Гири Г-2-210 и Г-3-210 по ГОСТ 7328.

Бюретка вместимостью 5 см³ с ценой деления 0,02 см³.

Пипетка вместимостью 100 см³.

Колбы мерные 1—100(1000)—2 по ГОСТ 1770 или аналогичного типа.

Стакан Н-1-600 ТС по ГОСТ 25336 или аналогичного типа.

Цилиндры мерные 1-10(25, 100, 500) по ГОСТ 1770 или аналогичного типа.

Колба коническая по ГОСТ 25336 вместимостью 250 см³.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, плотностью 1,3 г/см³ и раствор концентрации c (HNO₃) = 0,1 моль/дм³.

Ртуть (II) азотнокислая 1-водная по ГОСТ 4520, раствор концентрации c (1 / $_{2}$ Hg(NO₃) $_{2}$ ·H $_{2}$ O) = 0,1 моль/дм 3 ; готовят следующим образом: 17,2 г растворяют в 500 см 3 воды, добавляют 4 см 3 азотной кислоты плотностью 1,3 г/см 3 и доводят объем раствора водой до 1 дм 3 . Титр раствора устанавливают по хлористому натрию, высушенному при температуре 500 °С до постоянной массы, со смешанным индикатором в условиях титрования пробы.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233.

Дифенилкарбазон (индикатор).

Бромфеноловый синий водорастворимый (индикатор).

Смещанный индикатор готовят следующим образом: 0,5 г дифенилкарбазона растворяют в 70—80 см³ теплого этилового спирта, прибавляют 0,05 г бромфенолового синего и доводят объем спиртом до 100 см³.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300 высшего сорта.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

3.8.2. Проведение анализа

100 см³ фильтрата А, приготовленного для определения содержания водорастворимых сернокислых солей по п. 3.7, отбирают пипеткой в коническую колбу вместимостью 250 см³, прибавляют 15 капель раствора смешанного индикатора (раствор окрашивается в синий цвет), нейтрализуют раствором азотной кислоты молярной концентрации c (HNO₃) = 0,1 моль/дм³ до перехода окраски раствора в желтую, добавляя 5 капель избытка кислоты, и титруют раствором азотнокислой 1-водной ртути (II) концентрации c [1 /₂ Hg(NO₃)₂·H₂O] = 0,1 моль/дм³ до первого изменения окраски раствора в розово-сиреневый цвет (pH 3,0—3,3).

3.8.3. Обработка результатов

Массовую долю хлористых солей в пересчете на хлор-ион (X_4) в процентах вычисляют по формуле

$$X_4 = \frac{V = 0.00355 - 500 - 100 - 0.9559 - 100}{m - 100 - (100 - X_1)}$$

где V — объем раствора азотнокислой 1-водной ртути (II) молярной концентрации эквивалента точно 0,1 моль/дм³, израсходованный на титрование, см³;

0,00355 — масса хлор-иона, соответствующая 1 см³ раствора азотнокислой 1-водной ртути (II) молярной концентрации эквивалента 0,1 моль/дм³, г;

0,9559 — поправочный коэффициент на объем, занимаемый осадком сернокислого бария;

X₁ — массовая доля влаги, определяемая в соответствии с п. 3.5, %;

т — масса навески пасты сернокислого бария, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное значение расхождения между которыми не превышает значение допускаемого расхождения, равное 20 %, при доверительной вероятности P=0,95.

3.8.1—3.8.3. (Измененная редакция, Изм. № 2).

3.9. Определение массовой доли железа в пересчете на Fe₂O₃

3.9.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 3-го класса точности.

Гири Г-3-210 по ГОСТ 7328.

Пипетки вместимостью 10, 20, 25 и 50 см³.

Колбы мерные 1-100(250, 500, 1000) - 2 по ГОСТ 1770 или аналогичного типа.

Стаканы H-1—100(300) TC по ГОСТ 25336 или аналогичного типа.

Цилиндры мерные 1-10(25, 250) по ГОСТ 1770 или аналогичного типа.

Фильтр обеззоленный типа «синяя лента».

Фотоэлектроколориметр типа ФЭК-56.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, плотностью 1,19 г/см³ и раствор с массовой долей 25 %.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, раствор с массовой долей 10 %.

2',2'-дипиридил (индикатор) или о-фенантролин (индикатор); раствор готовят следующим образом: 2,5 г 2',2'-дипиридила или о-фенантролина помещают в стакан вместимостью 100 см³, растворяют в 25 см³ этилового спирта, переводят в мерную колбу вместимостью 500 см³ и доводят объем раствора водой до метки.

Кислота аскорбиновая с массовой долей основного вещества не менее 99,0 %, раствор с массовой долей 5 %; хранят в склянке из оранжевого стекла с притертой пробкой в прохладном месте; раствор устойчив 2 недели.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300

высшего сорта.

Раствор железа, содержащий 1 мг Fe^{3+} в 1 см³, готовят по ГОСТ 4212 (раствор A); 10 см^3 раствора A разбавляют водой до 1 дм^3 (раствор Б). 1 см³ раствора Б содержит 0.01 мг Fe^{3+} (годен в течение одних суток).

Бумага индикаторная универсальная. Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

3.9.2. Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика готовят шесть градуировочных растворов. Для этого в мерные колбы вместимостью 100 см³ каждая бюреткой вносят 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см³ раствора Б, что соответствует содержанию 0,005; 0,010; 0,020; 0,030; 0,040 и 0,050 мг Fe³⁺. Растворы в колбах разбавляют до 50 см³ водой, добавляют по 2 см³ 25 %-ного раствора соляной кислоты, по 5 см³ растворов аскорбиновой кислоты и 2',2'-дипиридила или о-фенантролина, каждый раз перемешивая содержимое колбы.

Одновременно готовят раствор сравнения, не содержащий железа, для этого в мерную колбу вместимостью 100 см³ помещают 2 см³ 25 %-ного раствора соляной кислоты, по 5 см³ раствора аскорбиновой кислоты и 2′.2′-дипиридила или *a*-фенантролина, разбавляют до 50 см³ водой.

В полученные градуировочные растворы и раствор сравнения добавляют раствор аммиака до рН 3,5 по универсальной индикаторной бумаге. Затем объем растворов доводят водой до метки и тщательно перемешивают. Через 30 мин измеряют оптическую плотность градуировочных растворов по отношению к раствору сравнения с помощью фотоэлектроколориметра с применением зеленого светофильтра (при длине волны 500—540 нм) в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя раствора 50 мм.

По полученным данным строят градуировочный график, откладывая на оси абсцисс массу железа в градуировочных растворах в миллиграммах, а на оси ординат — соответствующие им значения оптических плотностей.

3.9.3. Проведение анализа

10—25 г пасты сернокислого бария (в зависимости от массы железа) взвешивают (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до второго десятичного знака) помещают в стакан вместимостью 300 см³, приливают 150 см³ воды и 15 см³ соляной кислоты плотностью 1,19 г/см³, перемешивают до получения однородной массы и кипятят в течение 10 мин, охлаждают и переносять в мерную колбу вместимостью 250 см³. Объем раствора в колбе доводят водой до метки, перемешивают и после отстаивания фильтруют через плотный фильтр «синяя лента», отбрасывая первые порции фильтрата.

В мерную колбу вместимостью 100 см³ отбирают пипеткой 25— 50 см³ фильтрата (в зависимости от массы железа), разбавляют до 50 см³ водой и добавляют по 5 см³ растворов аскорбиновой кислоты и 2′,2′-дипиридила или о-фенантролина, каждый раз перемешивая. В полученный раствор добавляют раствор аммиака до рН 3,5 по универсальной индикаторной бумаге. Объем раствора в колбе доводят до метки водой и перемешивают.

Одновременно готовят раствор сравнения, для чего в мерную колбу вместимостью 100 см³ приливают 1,5—3,0 см³ соляной кислоты (в зависимости от взятого объема для колориметрирования), по 5 см³ аскорбиновой кислоты и 2′,2′-дипиридила или о-фенантролина, разбавляют до 50 см³ водой, устанавливают рН 3,5, доводят до метки водой и тщательно перемещивают. Черед 30 мин измеряют оптическую плотность анализируемого раствора по отношению к раствору сравнения по п. 3.9.2. Массу железа в анализируемом растворе в миллиграммах находят по градуировочному графику.

3.9.4. Обработка результатов

Массовую долю железа в пересчете на Fe_2O_3 (X_5) в процентах вычисляют по формуле

$$X_5 = \frac{a - 1.43 - 250 - 100 - 100}{m - v - 1000 - (100 - X_1)}$$

где a — масса железа, найденная по градуировочному графику, мг;

у — объем раствора, взятый для колориметрирования, см³;

1,43 — коэффициент пересчета железа на окись железа;

 X_1 — массовая для влаги, определяемая по п. 3.5, %;

т — масса навески пасты сернокислого бария, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое резуль-

татов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает значение допускаемого расхождения, равное 20 %, при доверительной вероятности P=0,95.

3.9.1—3.9.4. (Измененная редакция, Изм. № 2).

3.10. Определение содержания веществ, восстанавливающих марганцовокислый калий

3.10.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 3-го класса точности.

Гири Г-3-210 по ГОСТ 7328-82.

Колба коническая вместимостью 500 см³ по ГОСТ 25336 или аналогичного типа.

Стакан В-1-500 ТС по ГОСТ 25336 или аналогичного типа.

Цилиндры мерные 1-100 по ГОСТ 1770 или аналогичного типа.

Кислота серная по ГОСТ 4204, раствор с массовой долей 20 %.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, раствор концентрации $c (^{1}/_{5} \text{ KMnO}_{4}) = 0.01 \text{ моль/дм}^{3}$.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

3.10.2. Проведение анализа

Пасту, содержащую 20 г сернокислого бария (из расчета на сухое вещество), взвешивают, записывая результат в граммах с точностью до второго десятичного знака, в конической колбе или стакане вместимостью 500 см³, приливают 100 см³ раствора серной кислоты и при перемешивании нагревают до 80—90 °C. Суспензию охлаждают до комнатной температуры, прибавляют 100 см³ воды и титруют раствором марганцовокислого калия до появления слабо-розовой окраски раствора, не исчезающей в течение 5 мин, наблюдаемой в отстоявшемся прозрачном слое.

Одновременно, в тех же условиях и с тем же количеством реактивов, но без сернокислого бария проводят титрование контрольного раствора. Расход марганцовокислого калия на титрование восстанавливающих веществ в пробе определяют по разности миллилитров, израсходованных на титрование анализируемой пробы и контрольного раствора.

Продукт считают выдержавшим испытание, если расход марганцовокислого калия не будет превышать 0,8 см³ для марки A и 2 см³ для марки Б.

3.10.1—3.10.2. (Измененная редакция, Изм. № 2).

 Определение содержания сернистых, серноватистых и сернистокислых соединений

3.11.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 3-го класса точности.

Гири Г-3-210 по ГОСТ 7328.

Колба коническая вместимостью 250 см³ по ГОСТ 25336 или аналогичного типа.

Цилиндры мерные 1-10(100) или аналогичного типа.

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163, раствор с массовой долей 0.5 %.

Йод по ГОСТ 4159, раствор концентрации $c(^{1}/_{2} J_{2}) = 0,1$ моль/дм³. Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

3.11.2. Проведение анализа

Пасту, содержащую 3 г сернокислого бария (из расчета на сухое вещество), взвешивают, записывая результат в граммах с точностью до второго десятичного знака, в конической колбе вместимостью 250 см³, приливают 100 см³ воды, перемешивают, прибавляют 5 см³ соляной кислоты, 2—3 см³ раствора крахмала, 2 капли раствора йода, колбы закрывают пробками и тщательно взбалтывают.

Продукт считают соответствующим стандарту при появлении синей окраски, которая указывает на отсутствие сернистых, серноватистых и сернистокислых соединений.

3.11.1—3.11.2. (Измененная редакция, Изм. № 2).

3.12. Определение остатка на сетке после просева
 3.12.1. Аппаратура, реактивы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 2-го и 3-го класса точности.

Гири Г-2—210 и Г-3—210 по ГОСТ 7328.

Кисть филеночная КФК-8—1 по ГОСТ 10597 или аналогичного типа. Стакан B-1—600 ТС по ГОСТ 25336.

Стеклянная палочка с резиновым наконечником.

Стаканчики для взвешивания по ГОСТ 25336.

Эксикатор по ГОСТ 25336.

Сушильный шкаф, обеспечивающий температуру нагрева (120±5) °C. Цилиндр мерный с притертой пробкой по ГОСТ 1170 вместимостью 1 дм³.

Сито с сеткой № 008 (5914 отв/см2) по ГОСТ 6613.

Кисть щетинная № 18-20.

Силикагель технический по ГОСТ 3956, высушенный при 150—180 °C. Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

3.12.2. Проведение анализа

Пасту, содержащую 100 г сернокислого бария (из расчета на сухое вещество), взвешивают в стакане (результат в граммах записывают с точностью до целых чисел), добавляют 250 см³ воды и стеклянной палочкой с резиновым наконечником хорошо размешивают его содержимое до однородной массы. Полученную массу количественно

переносят в градуированный цилиндр. При этом оставшиеся в стакане комочки сернокислого бария подвергают растиранию с водой до полного их исчезновения. Содержимое цилиндра доводят водой до метки и сильно встряхивают в течение 2 мин, после этого осторожно пропускают через предварительно высушенное сито. Остаток на сите промывают струей воды с применением кисти до получения прозрачной промывной воды (в слое толщиной 1—2 см). Остаток с ситом сущат в сущильном шкафу при (120±5) *С в течение 20 мин и охлаждают на воздухе. Остаток из сита переносят в высушенный и взвешенный стаканчик с крышкой (результат в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака).

Открытый стаканчик с остатком помещают в сушильный шкаф и сушат при (120±5) °С до достижения постоянной массы. Стаканчик с остатком, закрытый крышкой, охлаждают в эксикаторе над силикагелем и взвешивают (результат в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака).

3.12.1-3.12.2. (Измененная редакция, Изм. № 2).

3.12.3. Обработка результатов

Остаток на сетке после просева (X_6) в процентах вычисляют по формуле

$$X_6 = \frac{m_1 - 100 - 100}{m \cdot (100 - X_1)} \; ,$$

где m_1 — масса высушенного остатка, г;

м — масса навески пасты сернокислого бария, г;

 X_1 — массовая доля влаги, определяемая по п. 3.5, %.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное значение расхождений между которыми не превышает значение допускаемого расхождения, равное 20 %, при доверительной вероятности P=0,95.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

 3.13. Определение количества металлических вкраплений (железа и меди) на площади размером 15 x 15 cm²

3.13.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 3-го класса точности.

Гири Г-3—210 по ГОСТ 7328.

Ступка фарфоровая с пестиком по ГОСТ 9147.

Пластинки стеклянные счетные размером 18×18 см².

Рамка из поливинилхлорида или текстолита є внутренним вырезом площадью 15×15 см² и высотой 1 мм.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, раствор с массовой долей 30 %.

Калий железистосинеродистый 3-водный по ГОСТ 4207, раствор с массовой долей 5 %.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

3.13.2. Проведение анализа

Пасту, содержащую 25 г сернокислого бария (из расчета на сухое вещество), взвещивают (результат в граммах записывают с точностью до второго десятичного знака), переносят в фарфоровую ступку, куда приливают 10—15 см³ дистиллированной воды и хорошо перемешивают фарфоровым пестиком. Затем в ступку приливают 5 см³ раствора азотной кислоты и 5 см³ раствора железистосинеродистого калия и снова хорошо перемешивают. Полученную массу быстро ровным слоем наносят на стеклянную счетную пластинку, на которую затем накладывают рамку из поливинилхлорида и накрывают стеклянной пластинкой. Через 15 мин в проходящем свете подсчитывают синие (железо) и коричневые (медь) точки, видимые невооруженным глазом.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное значение расхождения между которыми не превышает значение допускаемого расхождения, равное 20 %, при доверительной вероятности P=0,95.

3.13.1-3.13.2. (Измененная редакция, Изм. № 2).

3.14. Определение зернистости

3.14.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Секундомер механический по ТУ 25.1894.003.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 3-го класса точности.

Гири Г-3-210 по ГОСТ 7328.

Цилиндр мерный с притертой пробкой по ГОСТ 1770 вместимостью 1 дм³.

Стакан В-1-600 ТС по ГОСТ 25336.

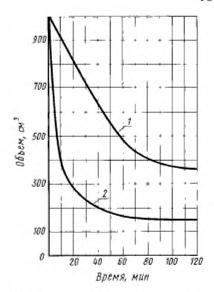
Стеклянная палочка с резиновым наконечником.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

3.14.2. Проведение анализа

Пасту, содержащую 50 г сернокислого бария (из расчета на сухое вещество), взвешивают в стакане (результат в граммах записывают с точностью до первого десятичного знака), добавляют 250 см³ дистиллированной воды и стеклянной палочкой с резиновым наконечником хорошо размешивают его содержимое до однородной массы. Полученную массу количественно переносят в градуировочный цилиндре притертой пробкой вместимостью 1 дм³. При этом оставшиеся в стакане комочки сернокислого бария подвергают растиранию с водой до полного их исчезновения. Содержимое цилиндра доводят дистиллированной водой до метки и сильно встряхивают в течение 2 мин.



Цилиндр устанавливают на плоскую поверхность, включают секундомер и отмечают снижение уровня суспензии на протяжении 1 ч каждые 5 мин, в течение последующего часа — каждые 10 мин. На основании полученных данных строят кривую отстаивания, откладывая на оси ординат объем в кубических сантиметрах, а на оси абсцисс— время в минутах, и сравнивают ее с эталонными кривыми на градуировочном графике (см. чертеж), которые характеризуют зернистость продукта. Продукт считают соответствующим марке A, если его кривая зернистости лежит не ниже кривой I, и марке E, если кривая зернистости лежит не ниже кривой E.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 20 % относительно среднего результата определения.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.15. Определение размера частиц

3.15.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр СФ-10 или другого типа, обеспечивающий измерение длины волны с погрешностью не более ±2 нм. Фотоэлектроколориметр ФЭК-56 М или другого типа; длины волн максимумов светопропускания λ_1 и λ_2 светофильтров № 4 (440±10) им и № 6 (540±10) им измеряют на спектрофотометре.

Рефрактометр УРЛ-1 или другого типа.

Колбы конические по ГОСТ 25336 типа КиКШ вместимостью 50—100 см³, 2 шт.

Глицерин по ГОСТ 6259, рабочий раствор с массовой долей глицерина 68,8 %, с показателем преломления 1,426. Показатель преломления определяют на рефрактометре.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

3.15.2. Проведение анализа

1—2 см³ суспензии, приготовленной в соответствии с п. 3.13.2, переносят в коническую колбу, добавляют 20—25 см³ рабочего раствора глицерина, закрывают притертой пробкой и перемешивают в течение 2 мин. Затем во вторую коническую колбу помещают 20—25 см³ рабочего раствора глицерина и 8—10 капель суспензии из первой конической колбы, перемешивают в течение 2 мин и оставляют стоять 1—2 мин для полного удаления пузырьков воздуха.

Суспензию фотометрируют на синем и зеленом светофильтрах с длиной волны (540±10) и (440±10) нм в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя раствора 10 мм. В качестве раствора сравнения применяют рабочий раствор глицерина. Оптическая плотность на светофильтре с длиной волны 540 нм должна быть 0,45—0,65. Если оптическая плотность более, чем 0,65, то содержание второй конической колбы разводят 2—3 каплями рабочего раствора глицерина, если оптическая плотность менее, чем 0,45, то во вторую коническую колбу добавляют 1—2 капли из первой конической колбы.

3.15.3. Обработка результатов

Средний размер частиц (d) в мкм вычисляют по формуле

$$d=1,666-0,411n-0,090n^2,$$

где $n=-\frac{ls\frac{D_1}{D_2}}{ls\frac{\lambda_1}{\lambda_2}},$

 D_1 — оптическая плотность на синем светофильтре с длиной волны 440 нм;

 D₂ — оптическая плотность на зеленом светофильтре с длиной волны 540 нм;

λ₁ — длина волны синего светофильтра;

λ₂ — длина волны зеленого светофильтра.

Формула справедлива для значений n меньше 1,74.

Для больших значений п пользуются табл. 2.

Таблица 2

n	в, мем	N	d, sixs
2,50	0.3	2,01	0,5
2,50	0.4	1,94	0,6

При известных значениях λ_1 и λ_2 вычисляют зависимость размера частиц от отношения оптических плотностей $\frac{D_1}{D_2}$ и пользуются.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное значение расхождения между которыми не превышает значение допускаемого расхождения, равное 0,05 мкм, при доверительной вероятности P=0,95.

3.15.1-3.15.3. (Измененная редакция, Изм. № 2).

4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

4.1. Сернокислый барий упаковывают в полиэтиленовый мешок по ГОСТ 17811 или в пленочный мешок-вкладыш вместимостью 100 дм³ каждый, вложенные в деревянную бочку по ГОСТ 8777 вместимостью 100 дм³. Масса брутто бочки вместимостью 100 дм³ — не более 220 кг.

Полиэтиленовый мещок или мещок-вкладыш завязывают.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.2. Барий сернокислый для баритования бумаг не опасен и по ГОСТ 19433 не классифицируется.

Транспортная маркировка — по ГОСТ 14192.

Дополнительно наносят следующие обозначения:

наименование и марку продукта;

номер партии;

дату изготовления;

обозначение настоящего стандарта.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

4.3. Сернокислый барий транспортируют всеми видами транс-

порта (кроме авиации) в крытых транспортных средствах в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими на транспорте данного вида. По железной дороге сернокислый барий транспортируют повагонными отправками. Сернокислый барий транспортируют пакетами по ГОСТ 26663. Средства скрепления — по ГОСТ 21650. Габаритные размеры и масса брутто транспортного пакета должны соответствовать ГОСТ 24597.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

4.4. Сернокислый барий хранят в крытых складских помещениях, предохраняя продукт от попадания влаги при температуре не ниже минус 5 °C.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

- 5.1. Изготовитель гарантирует соответствие сернокислого бария для баритования бумаг требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.
- Гарантийный срок хранения сернокислого бария 1,5 года со дня изготовления.
 - Разд. 5. (Измененная редакция, Изм. № 2).

Разд. 6. (Исключен, Изм. № 2).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

 РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности РАЗРАБОТЧИКИ

Е.Ф. Дубрава, Л.С. Желтобрюх, И.П. Книгавко, З.Ф. Гаврилова, И.И. Гришина

- 2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 11.02.77 № 370
- 3. Срок проверки 1996 г.

Периодичность проверки — 5 лет

- 4. B3AMEH FOCT 5694-68
- 5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта	Обозначение НГД, на который дама ссылка	Номер пункти, подпункти
FOCT 1277-75	3.6.1	ΓΟCT 7328-82	3.5.1a, 3.6.1; 3.7.1;
FOCT 1770-74	3.6.1; 3.7.1; 3.8.1;		3.8.1; 3.9.1; 3.10.1;
	3.9.1; 3.10.1; 3.12.1;		3.12,1; 3,13.1; 3.14.1
	3.14.1	FOCT 8777-80	4.1
FOCT 3118-77		FOCT 9147-80	3.4.1; 3.6.1; 3.7.1;
	3.11.1		3.13.1
FOCT 3640-94	3.7.I	FOCT 10163-76	3.11.1
FOCT 3760-79	3.7.1; 3.9.1	ΓΟCT 10398-76	3.7.1
FOCT 3773-72	3.7.1	FOCT 10597-87	3.12,1
FOCT 3956-76	3.5.1a; 3.6.1; 3.12.1	FOCT 10652-73	3.7.1
FOCT 4108-72	3.7.1	FOCT 14091-78	3.7.1
FOCT 4159-79	3.11,1	FOCT 14192-77	4.2
FOCT 4204-77	3.6.1; 3,10.1	ΓOCT 17811-78	4.1
FOCT 4207-75	3.13.1	FOCT 18300-87	3.7.1; 3.8.1
FOCT 4209-77	3.7.1	ΓΟCT 19433-88	4.2
FOCT 4212-76	3.9.1	FOCT 20490-75	3.10.1
FOCT 4233-77	3.7.1; 3.8.1	FOCT 21650-76	4.4
FOCT 4234-77	3.7.1	FOCT 24104-88	3.5.1a, 3.6.1, 3.7.1;
FOCT 4461 −77	3.6,1; 3.8.1; 3,13.4		3.8.1; 3.9.1; 3.10.1;
FOCT 4520-78	3.8.1		3.11.1; 3.12.1; 3.13.1;
FOCT 6259-75	3.15.1		3.14.1
FOCT 6613-86	1.3; 3.12.1	FOCT 24597-81	4.4
ГОСТ 6709—72	3.6.1; 3.7.1; 3.8.1;	FOCT 25336-82	3.5.1a, 3.6.1, 3.7.1;
	3.9,1; 3.10,1; 3.11.1;		3.8.1; 3.9.1; 3.10.1;
	3.12.1; 3.13.1; 3.14.1;		3.11.1, 3.12.1; 3.14.1;
	3.15.1		3.15.1
		FOCT 2666385	4.3
		TY 25.1894.003-90	3.14.1

- C. 23 FOCT 5694-77
- Ограничение срока действия снято Постановлением Госстандарта СССР от 27.01.92 № 66
- ПЕРЕИЗДАНИЕ (октябрь 1996 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в апреле 1982 г., августе 1987 г., январе 1992 г. (ИУС 7—82, 11—87, 5—92)

Редактор Л.И.Нахимова Технический редактор В.Н Прусакова Корректор М.С Кабашова Компьютерния верстка А.Н Залошаревой

Идд. лиц. № 921007 от 10.08.95. Сдано в набор 24.10.96. Подписано в печать 11.12.96. Усл.печ.л. 1,40. — Уч.-изд.л. 1,35. Гираж 142 ж). С 4124 , Зак 664.

НПК Издательство стандартов 107076, Москва, Колоденный пер., 14. Набрано в Издательстве на ПЭВМ Филиал ИПК Издательство стандартов тип, "Московский печатинк" Москва, Лапин пер., 6