



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ  
СОЮЗА ССР

# РУДЫ МАРГАНЦЕВЫЕ, КОНЦЕНТРАТЫ И АГЛОМЕРАТЫ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКИСИ БАРИЯ

ГОСТ 27309—87  
(СТ СЭВ 5500—86)

Издание официальное



Цена 5 коп.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ  
Москва

**РУДЫ МАРГАНЦЕВЫЕ, КОНЦЕНТРАТЫ  
И АГЛОМЕРАТЫ****Методы определения окиси бария**

Manganese ores, concentrates and agglomerates.  
Methods for determination of barium oxide

**ГОСТ  
27309—87****(СТ СЭВ 5500—86)**

ОКСТУ 0730

Срок действия с 01.01.88  
до 01.01.98

**Несоблюдение стандарта преследуется по закону**

Настоящий стандарт распространяется на марганцевые руды, концентраты и агломераты и устанавливает гравиметрический метод определения окиси бария при массовой доле от 0,5 до 6 % и пламенно-фотометрический метод при массовой доле от 0,05 до 3 %.

При возникновении разногласий в оценке качества марганцевых руд, концентратов и агломератов по показателю «массовая доля окиси бария» определение проводят гравиметрическим методом.

**1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ**

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 22772.0—77.

**2. ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД**

Метод основан на выделении бария в виде сульфата или, если присутствует стронций, в виде хромата с последующим прокаливанием и взвешиванием осадка. Пробу разлагают сплавлением с углекислым калием или углекислым натрием с последующим выщелачиванием плава в воде.

**2.1. Средства анализа**

Печь муфельная с терморегулятором, обеспечивающая температуру нагрева не менее 1000°C.

Эксикатор по ГОСТ 25336—82.

Тигли платиновые по ГОСТ 6563—75.

где  $m_1$  — масса окиси бария в анализируемом растворе для измерения абсорбции или эмиссии, найденная по градуировочному графику, г;

$m$  — масса навески пробы, соответствующая аликвоте анализируемого раствора, г;

$K$  — коэффициент пересчета содержания окиси бария на содержание ее в сухом материале, вычисленный по формуле

$$K = \frac{100}{100 - W_r},$$

где  $W_r$  — массовая доля гигроскопической влаги в анализируемой пробе, определяемая по ГОСТ 22772.1—77, %.

3.3.2. Массовую долю окиси бария ( $X_1$ ) в процентах при использовании метода сравнения вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{m_2 \cdot A \cdot K}{m \cdot A_1} \cdot 100,$$

где  $m_2$  — масса окиси бария в растворе сравнения, г;

$A$  — значение абсорбции или эмиссии анализируемого раствора для измерения за вычетом значения абсорбции или эмиссии раствора контрольного опыта;

$m$  — масса навески пробы, соответствующая аликвоте анализируемого раствора, г;

$A_1$  — значение абсорбции или эмиссии раствора сравнения за вычетом значения абсорбции или эмиссии раствора контрольного опыта;

$K$  — коэффициент пересчета содержания окиси бария на содержание ее в сухом материале, вычисленный, как указано в п. 3.3.1.

3.3.3. Расхождение между результатами двух определений при доверительной вероятности  $P=0,95$  не должно превышать значений, указанных в табл. 2.

## ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

**1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством черной металлургии СССР****ИСПОЛНИТЕЛИ**

Л. В. Камаева, канд. хим. наук (руководитель темы); Н. А. Зобинна;  
Л. И. Бармина

**2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 7 мая 1987 г. № 1531****3. Срок первой проверки — 1992 г.  
Периодичность проверки 5 лет.****4. Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 5500—86****5. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ****6. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта, перечисления, приложения
ГОСТ 83—79	2.1, 3.1
ГОСТ 1277—75	2.1
ГОСТ 3117—78	2.1
ГОСТ 3118—77	2.1, 3.1
ГОСТ 3760—79	2.1
ГОСТ 3763—76	2.1
ГОСТ 4108—72	3.1
ГОСТ 4140—74	3.1
ГОСТ 4144—79	3.1
ГОСТ 4158—80	3.1
ГОСТ 4204—77	2.1
ГОСТ 4234—77	3.1
ГОСТ 4332—76	2.1
ГОСТ 4460—77	2.1
ГОСТ 5457—75	3.1
ГОСТ 6563—75	2.1, 3.1
ГОСТ 9147—80	2.1, 3.1
ГОСТ 22772.0—77	2.1
ГОСТ 25336—82	1.1

Редактор *Р. С. Федорова*  
Технический редактор *Г. А. Тербинкина*  
Корректор *Е. Н. Евтеева*

Сдано в наб. 28.06.57 Подп. в печ. 09.07.57 1,0 усл. п. л. 1,0 усл. кр-отт. 0,73 уч.-изд. л.  
Тир. 6000 Цена 5 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123840, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3  
Тяж. «Московский печатник», Москва, Лялин пер., 6. Зак. 794

Тигли фарфоровые низкие № 2 или № 3 по ГОСТ 9147—80.

Кальций хлористый плавленый, прокаленный при 700—800°C, для заполнения эксикатора.

Калий углекислый или натрий углекислый по ГОСТ 4332—76.

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83—79 и раствор 20 г/дм<sup>3</sup>.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и разбавленная 1:3 и 1:100.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1:1, 1:4, 1:1000.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79, разбавленный 1:1.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117—78, растворы 6 и 600 г/дм<sup>3</sup>.

Аммоний двухромовокислый по ГОСТ 3763—76, раствор 50 г/дм<sup>3</sup>.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, раствор 2 г/дм<sup>3</sup>.

Водорода перекись по ГОСТ 10929—76, 30 %-ный раствор.

Бумага универсальная индикаторная.

## 2.2. Проведение анализа

2.2.1. Масса навески пробы в зависимости от содержания окиси бария приведена в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля окиси бария, %	Масса навески, г
От 0,5 до 5,0 включ.	2
Св. 5,0 >	1

Навеску помещают в платиновый тигель, смешивают с 10-кратным количеством углекислого калия-натрия, тигель закрывают крышкой и сплавляют смесь при 900—1000°C в течение 20—30 мин. Тигель с плавом охлаждают и помещают в стакан вместимостью 400 см<sup>3</sup>, содержащий 100 см<sup>3</sup> теплой воды и 2—3 см<sup>3</sup> перекиси водорода, нагревают до кипения и кипятят в течение 10—15 мин. После растворения плава тигель с крышкой вынимают, промывают теплой водой. Раствор снова кипятят и отстаивают.

Осадок карбонатов количественно переносят на плотный фильтр, уплотненный небольшим количеством фильтробумажной массы, промывают 5—6 раз теплым раствором углекислого натрия. Фильтрат отбрасывают. Осадок карбонатов смывают с фильтра теплой водой в стакан, в котором выщелачивался плав. Фильтр промывают 4—5 раз теплой соляной кислотой, разбавлен-

ной 1:3, с добавленным нескольких капель перекиси водорода, собирая фильтрат в тот же стакан. К раствору добавляют 30 см<sup>3</sup> соляной кислоты и осторожно нагревают до полного растворения осадка, затем раствор выпаривают досуха.

Остаток охлаждают, прибавляют 10—15 см<sup>3</sup> соляной кислоты, вновь выпаривают досуха и выдерживают при 120—130°C в течение 40—60 мин.

К сухому остатку прибавляют 10—15 см<sup>3</sup> соляной кислоты, нагревают в течение 3—5 мин, приливают 30—40 см<sup>3</sup> теплой воды, нагревают до кипения и отфильтровывают осадок двуокиси кремния на фильтр средней плотности, уплотненный небольшим количеством фильтробумажной массы. Фильтр с осадком промывают 3—4 раза теплой соляной кислотой, разбавленной 1:100, затем 6—8 раз теплой водой. Фильтрат сохраняют в качестве основного раствора.

2.2.2. Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, высушивают, озоляют и прокаливают при 500—600°C. Тигель с осадком охлаждают, смачивают 2—3 каплями воды, прибавляют 1 см<sup>3</sup> серной кислоты, разбавленной 1:1, 5—6 см<sup>3</sup> фтористоводородной кислоты и выпаривают досуха. К сухому остатку прибавляют 2—3 см<sup>3</sup> соляной кислоты, нагревают до растворения остатка и полученный раствор присоединяют к основному раствору.

Объединенный раствор выпаривают досуха, сухой остаток смачивают 1—2 см<sup>3</sup> соляной кислоты, прибавляют 100—150 см<sup>3</sup> воды и нагревают раствор до кипения. В горячий раствор осторожно добавляют 5 см<sup>3</sup> серной кислоты, разбавленной 1:4, и снова нагревают до кипения, кипятят в течение 15—20 мин, а затем оставляют раствор с осадком для полной коагуляции на 12 ч при комнатной температуре.

2.2.3. Раствор фильтруют через плотный фильтр, уплотненный небольшим количеством фильтробумажной массы, осадок количественно переносят на фильтр и промывают серной кислотой, разбавленной 1:1000, до исчезновения хлорид-ионов (проба с раствором азотнокислого серебра).

2.2.4. Если проба содержит свинец, осадок на фильтре после промывания серной кислотой дополнительно промывают 6—8 раз теплым раствором уксуснокислого аммония (600 г/дм<sup>3</sup>) и 3—4 раза теплой водой.

2.2.5. При отсутствии в пробе стронция фильтр с осадком помещают в предварительно прокаленный и взвешенный платиновый тигель, высушивают, озоляют и прокаливают при 800—850°C в течение 30 мин до постоянной массы, охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

2.2.6. При наличии в пробе стронция фильтр с осадком сульфатов высушивают, озоляют и прокаливают при 600—700°C, до-

бавляют 3 г углекислого натрия, тигель закрывают крышкой и сплавляют при 950—1000°C в течение 20—30 мин. Тигель с плавом охлаждают, помещают в стакан вместимостью 400 см<sup>3</sup>, содержащий 100 см<sup>3</sup> теплой воды, нагревают до кипения и кипятят в течение 10—15 мин. Тигель с крышкой вынимают, обмывают теплой водой и раствор снова нагревают до кипения.

2.2.7. Осадок карбонатов количественно переносят на плотный фильтр, уплотненный небольшим количеством фильтробумажной массы и промывают 5—6 раз теплым раствором углекислого натрия. Фильтрат отбрасывают. Осадок на фильтре растворяют в 20 см<sup>3</sup> горячей соляной кислоты, разбавленной 1:3, собирают раствор в стакан, в котором выщелачивался плав. Раствор выпаривают до объема 3—5 см<sup>3</sup>, добавляют 100 см<sup>3</sup> воды, прибавляют аммиак, разбавленный 1:1, до получения рН 6,5—7 (контроль по универсальной индикаторной бумаге), прибавляют 10 см<sup>3</sup> раствора уксуснокислого аммония (300 г/дм<sup>3</sup>). Раствор нагревают до кипения и при непрерывном энергичном перемешивании прибавляют 10 см<sup>3</sup> раствора двуххромовокислого аммония. Дают осадку отстояться в теплом месте в течение 1 ч, затем количественно переносят осадок на плотный фильтр, уплотненный небольшим количеством фильтробумажной массы, промывают фильтр с осадком 6—7 раз раствором уксуснокислого аммония (6 г/дм<sup>3</sup>) до исчезновения желтой окраски фильтра. Фильтрат отбрасывают. Фильтр с осадком хромата помещают в предварительно прокаленный и взвешенный платиновый или фарфоровый тигель, высушивают, озоляют и прокаливают при 700—800°C в течение 20—25 мин до постоянной массы. Тигель с осадком охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Если осадок имеет зеленоватую окраску, его снова прокаливают при увеличенном доступе воздуха.

2.2.8. Для внесения поправки на содержание окиси бария в реактивах проводят контрольный опыт, как указано в п. 2.2. Для приготовления раствора контрольного опыта навеску калия-натрия углекислого (5—10 г) помещают в стакан вместимостью 400 см<sup>3</sup>, содержащий 100 см<sup>3</sup> теплой воды и 2—3 см<sup>3</sup> перекиси водорода, и далее анализ продолжают, как указано в пп. 2.2.1—2.2.7.

### 2.3. Обработка результатов

2.3.1. Массовую долю окиси бария ( $X$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \cdot f \cdot K}{m} \cdot 100,$$

где  $m_1$  — масса осадка сульфата или хромата бария в анализируемой пробе, г;



$m_2$  — масса осадка сульфата или хромата бария в контрольном опыте, г;

$m$  — масса навески пробы, г;

$f$  — коэффициент пересчета на окись бария, равный 0,6574 для сульфата бария и 0,6053 для хромата бария;

$K$  — коэффициент пересчета содержания окиси бария на содержание ее в сухом материале, вычисленный по форму-

ле

$$K = \frac{100}{100 - W_T},$$

где  $W_T$  — массовая доля гигроскопической влаги в анализируемой пробе, определяемая по ГОСТ 22772.1—77, %.

2.3.2. Расхождение между результатами двух определений при доверительной вероятности  $P=0,95$  не должно превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля окиси бария, %	Допускаемое расхождение, %
От 0,05 до 0,1 включ.	0,025
Св. 0,1 > 0,3 >	0,03
> 0,3 > 0,5 >	0,05
> 0,5 > 1,0 >	0,08
> 1,0 > 2,0 >	0,15
> 2,0 > 5,0 >	0,20
> 5,0 > 6,0 >	0,25

### 3. ПЛАМЕННО-ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

Метод основан на измерении атомного поглощения бария (метод атомной абсорбции) или излучения атомов бария (метод эмиссии) в пламени закись азота — ацетилен при длине волны 553,6 нм в присутствии хлористого калия и хлористого стронция.

#### 3.1. Средства анализа

Спектрофотометр атомно-абсорбционный с источником излучения для бария.

Печь муфельная с терморегулятором, обеспечивающая температуру нагрева не менее 1000°C.

Тигли платиновые по ГОСТ 6563—75.

Тигли фарфоровые низкие № 2 или № 3 по ГОСТ 9147—80.

Стаканы тефлоновые или фторопластовые.

Ацетилен растворенный и газообразный технический по ГОСТ 5457—75.

Закись азота газообразная.

Кислота щавелевая по ГОСТ 22180—76.

Калий азотнокислый по ГОСТ 4144—79.

Калий хлористый по ГОСТ 4234—77.

Стронций хлористый 6-водный по ГОСТ 4140—74.

Барий углекислый по ГОСТ 4158—80.

Барий хлористый по ГОСТ 4108—72.

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83—79 и раствор 10 г/дм<sup>3</sup>.

Смесь для спекания: десять частей безводного углекислого натрия тщательно смешивают с четырьмя частями щавелевой кислоты и одной частью азотнокислого калия.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1:1; 1:3 и 1:19.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

Кислота хлорная, плотностью 1,67 или 1,51 г/см<sup>3</sup>.

Кислота борная по ГОСТ 9656—75, насыщенный раствор.

Буферный раствор: 4,25 г хлористого стронция и 2,5 г хлористого калия растворяют в воде, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доводят водой до метки и перемешивают.

Водорода перекись по ГОСТ 10929—76, 30 %-ный раствор.

*Стандартные растворы бария*

Раствор А готовят двумя способами:

Способ 1. 1,2869 г углекислого бария растворяют в 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавленной 1:1, переносят раствор в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доводят до метки соляной кислотой, разбавленной 1:19, и перемешивают.

Способ 2. 1,5931 г хлористого бария, 2-водного, растворяют в 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавленной 1:1, переносят раствор в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доводят до метки соляной кислотой, разбавленной 1:19, и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> стандартного раствора А соответствует 1 мг окиси бария.

Раствор Б: 10 см<sup>3</sup> стандартного раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доводят до метки соляной кислотой, разбавленной 1:19, и перемешивают. Раствор готовят перед употреблением.

1 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б соответствует 0,1 мг окиси бария.

## 3.2. Проведение анализа

### 3.2.1. Кислотное разложение

3.2.1.1. Навеску пробы массой 0,5 г помещают в тефлонный или фторопластовый стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup>, смачивают водой, добавляют 15 см<sup>3</sup> хлорной кислоты, 20 см<sup>3</sup> фтористоводородной кислоты и выпаривают до густых белых паров хлорной кислоты. Стакан с раствором охлаждают, добавляют еще 10 см<sup>3</sup> фтористоводородной кислоты и выпаривают до влажных солей. К ос-

татку добавляют 20 см<sup>3</sup> раствора борной кислоты, стенки стакана обмывают водой и вновь выпаривают до густых белых паров хлорной кислоты. Стакан с раствором охлаждают, добавляют 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавленной 1:1, 10—20 см<sup>3</sup> воды и нагревают до растворения солей. Раствор фильтруют через плотный фильтр, уплотненный небольшим количеством фильтробумажной массы, в стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup>. Фильтр с остатком промывают горячей водой до получения нейтральной реакции. Фильтрат сохраняют в качестве основного раствора.

3.2.1.2. Фильтр с остатком помещают в платиновый тигель, высушивают, озоляют и прокаливают при 600—700°C. Остаток сплавляют с 0,5 г углекислого натрия при 950—1000°C в течение 10—15 мин. Тигель с плавом охлаждают, помещают в стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup> и выщелачивают плав горячей водой. Тигель вынимают, обмывают водой, полученный раствор доводят до кипения. После отстаивания осадок карбонатов отфильтровывают на плотный фильтр, уплотненный небольшим количеством фильтробумажной массы, промывают 4—5 раз теплым раствором углекислого натрия. Фильтрат отбрасывают. Осадок на фильтре растворяют горячей соляной кислотой, разбавленной 1:19. Полученный раствор присоединяют к основному раствору.

### 3.2.2. Щелочное спекание

3.2.2.1. Навеску пробы массой 0,5 г помещают в платиновый тигель, прибавляют 1 г углекислого натрия, тщательно перемешивают и спекают смесь при 900—950°C в течение 30—45 мин.

3.2.2.2. При разложении пробы спеканием со смесью для спекания навеску массой 0,5 г помещают в форфоровый тигель и тщательно перемешивают с 2 г смеси для спекания до получения однородной по цвету массы. Полученную смесь заворачивают в конденсаторную или папиросную бумагу. Ампулообразный кулечек помещают на подкладку из беззольной увлажненной фильтровальной бумаги в форфоровый тигель, в котором проводили перемешивание. Тигель с содержимым помещают в холодную муфельную печь, нагревают до 750—800°C и выдерживают при этой температуре 15—30 мин.

3.2.2.3. Тигель со спеком, полученным по п. 3.2.2.1 или п. 3.2.2.2, помещают в стакан вместимостью 400 см<sup>3</sup>, приливают 100 см<sup>3</sup> горячей воды, 2—3 см<sup>3</sup> перекиси водорода, нагревают до кипения и кипятят до полного распада спека. Тигель извлекают из стакана и обмывают водой. Комочки спека размельчают стеклянной палочкой с пестиком. Раствору дают отстояться до полной коагуляции осадка карбонатов. Осадок отфильтровывают на плотный фильтр, уплотненный небольшим количеством фильтробумажной массы, и промывают 5—6 раз теплым раствором углекислого натрия. Фильтрат отбрасывают. Затем осадок смывают струей горя-

чей воды в стакан, в котором проводили выщелачивание. Фильтр и тигель промывают 20 см<sup>3</sup> горячей соляной кислоты, разбавленной 1:3, и 3—4 раза горячей водой, собирая соляную кислоту и промывные воды в тот же стакан. Содержимое стакана нагревают до полного растворения осадка.

3.2.3. Раствор, полученный по п. 3.2.1 или п. 3.2.2, выпаривают до объема примерно 30 см<sup>3</sup>, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>. Добавляют 5 см<sup>3</sup> буферного раствора, доводят соляной кислотой, разбавленной 1:19 до метки, перемешивают.

3.2.4. Для внесения поправки на содержание окиси бария в реактивах проводят контрольный опыт, как указано в п. 3.2.

Примечание. При использовании приборов с малой разрешающей способностью, не устраняющих влияние кальция, в контрольный опыт вводят кальций в количестве, соответствующем его содержанию в анализируемой пробе.

3.2.5. При измерении в режиме атомной абсорбции измеряют величину абсорбции анализируемого раствора, полученного по п. 3.2.3.

3.2.6. При измерении в режиме эмиссии при массовой доле окиси бария до 0,3 % измеряют величину эмиссии анализируемого раствора, полученного по п. 3.2.3.

При массовой доле окиси бария более 0,3 % аликвоту анализируемого раствора, полученного по п. 3.2.3, содержащую окись бария в количестве, соответствующем содержанию окиси бария в градуировочном графике (п. 3.2.8.3), помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>. Прибавляют буферный раствор и раствор борной кислоты, чтобы их общий объем в 100 см<sup>3</sup> был равен 5 и 20 см<sup>3</sup> соответственно, доводят до метки соляной кислотой, разбавленной 1:19, и перемешивают.

3.2.7. После прогрева горелки спектрофотометра в течение 10 мин и получения стабильных показаний раствор вводят в пламя закись азота — ацетилен и измеряют абсорбцию или эмиссию бария при длине волны 553,6 нм.

Абсорбцию или эмиссию каждого раствора измеряют не менее двух раз и для расчета берут среднее арифметическое полученных значений.

При смене растворов систему распыления промывают водой до получения нулевого показания прибора.

По найденному значению абсорбции или эмиссии анализируемого раствора за вычетом значения абсорбции или эмиссии раствора контрольного опыта находят массу окиси бария по градуировочному графику или методом сравнения.

### 3.2.8. Построение градуировочного графика

3.2.8.1. При измерении в режиме атомной абсорбции и массовой доле окиси бария менее 0,5 % в пять из шести мерных колб

вместимостью 100 см<sup>3</sup> помещают 2,0; 5,0; 10,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора бария Б и 2,0; 2,5 см<sup>3</sup> стандартного раствора бария А, что соответствует 0,2; 0,5; 1,0; 2,0; 2,5 мг окиси бария. Во все колбы прибавляют по 5 см<sup>3</sup> буферного раствора, по 20 см<sup>3</sup> раствора борной кислоты, доводят до метки соляной кислотой, разбавленной 1:19, и перемешивают. Измеряют абсорбцию растворов, как указано в п. 3.2.7.

3.2.8.2. При измерении в режиме атомной абсорбции и массовой доле окиси бария более 0,5 % в пять из шести мерных колб вместимостью 100 см<sup>3</sup> помещают 2,5; 5,0; 10,0; 12,0; 15,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора бария А, что соответствует 2,5; 5,0; 10,0; 12,0; 15,0 мг окиси бария. Во все колбы прибавляют по 5 см<sup>3</sup> буферного раствора, по 20 см<sup>3</sup> раствора борной кислоты, доводят до метки соляной кислотой, разбавленной 1:19, и перемешивают. Измеряют абсорбцию растворов, как указано в п. 3.2.7.

3.2.8.3. При измерении в режиме эмиссии в пять из шести мерных колб вместимостью 100 см<sup>3</sup> помещают 2,0; 6,0; 10,0; 12,0 и 15,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора бария Б, что соответствует 0,2; 0,6; 1,0; 1,2 и 1,5 мг окиси бария. Во все колбы прибавляют по 5 см<sup>3</sup> буферного раствора, по 20 см<sup>3</sup> раствора борной кислоты, доводят до метки соляной кислотой, разбавленной 1:19, и перемешивают. Измеряют эмиссию растворов, как указано в п. 3.2.7.

3.2.8.4. Раствор шестой колбы, не содержащий стандартного раствора бария, служит раствором контрольного опыта для градуировочного графика (пп. 3.2.8.1—3.2.8.3).

По полученным значениям абсорбции или эмиссии растворов градуировочного графика за вычетом значения абсорбции или эмиссии раствора контрольного опыта и соответствующим им содержаниям окиси бария строят градуировочный график.

Примечание. Поскольку диапазон линейности градуировочных графиков зависит от чувствительности применяемого прибора, регламентированный диапазон содержания окиси бария в пробах (пп. 3.2.5, 3.2.6) и в растворах для построения градуировочного графика (п. 3.2.8) является рекомендуемым.

3.2.9. Для приготовления раствора сравнения в три мерные колбы вместимостью 100 см<sup>3</sup> помещают стандартный раствор бария А или Б в количестве, соответствующем содержанию окиси бария в анализируемой пробе, добавляют по 5 см<sup>3</sup> буферного раствора, по 20 см<sup>3</sup> раствора борной кислоты, доводят до метки соляной кислотой, разбавленной 1:19, и перемешивают. Измерение раствора проводят в таком же режиме, в котором измеряют и анализируемый раствор.

### 3.3. Обработка результатов

3.3.1. Массовую долю окиси бария ( $X$ ) в процентах при использовании градуировочного графика вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot K}{m} \cdot 100,$$