ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

РЕАКТИВЫ

НИКЕЛЬ (II) УГЛЕКИСЛЫЙ ОСНОВНОЙ ВОДНЫЙ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 4466—78

Издание официальное

БЗ 12—97

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 546.742'264—41:006.354 Группа Л51

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

Реактивы

НИКЕЛЬ (II) УГЛЕКИСЛЫЙ ОСНОВНОЙ ВОДНЫЙ

Технические условия

ГОСТ 4466—78

Reagents. Basic aqueous nickel (II) carbonate. Specifications

ОКП 26 2223 0430 05

Дата введения 01.01.80

Настоящий стандарт распространяется на водный основной углекислый никель (II), который представляет собой смесь непостоянных количеств углекислого никеля и гидрата закиси никеля; по внешнему виду — светло-зеленый порошок; нерастворим в воде, растворим в кислотах, в растворах солей аммония и аммиака.

Формула $NiCO_3 \cdot mNi(OH)_2 \cdot nH_2O$.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Водный основной углекислый никель (II) должен быть изготовлен в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

1.2. По химическим показателям водный основной углекислый никель (II) должен соответствовать нормам, указанным в табл. 1.

Таблица 1

Наименование показателя	Норма	
	Чистый для анализа (ч. д. а.)	Чистый (ч.)
1. Массовая доля никеля (Ni), %	45—50	42—48
2. Массовая доля нерастворимых в соляной кислоте веществ, %, не более	0,005	0,02
3. Массовая доля нитратов (NO_3), %, не более	0,05	0,4
4. Массовая доля сульфатов (SO_4), %, не более	0,01	0,05
5. Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более	0,003	0,01
6. Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,001	0,002
7. Массовая доля кобальта (Co), %, не более	0,05	0,1
8. Массовая доля суммы меди и свинца (Cu+Pb), %, не более	0,004	0,01
9. Массовая доля цинка (Zn), %, не более	0,004	0,01
10. Массовая доля суммы калия, натрия, кальция и магния (K + Na + Ca + Mg), %, не более	0,15	0,3

Примечание. Если в препарате массовая доля кобальта не превышает 0,002 %, к его квалификации прибавляют слова «без кобальта».

(Измененная редакция, Изм. № 1).

Издание официальное Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1978

© ИПК Издательство стандартов, 1998

Переиздание с Изменениями

1.3. Коды ОКП для каждой квалификации водного основного углекислого никеля (II) должны соответствовать указанным в табл. 1*а*.

Таблица 1а

Квалификация	Код ОКП
Чистый для анализа (ч. д. а.)	26 2223 0432 03
Чистый (ч.)	26 2223 0431 04
Чистый для анализа (ч. д. а.) без кобальта	26 2223 0592 10
Чистый (ч.) без кобальта	26 2223 0591 00

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

2. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2.1. Водный основной углекислый никель (II) относится к чрезвычайно опасным веществам (1-й класс опасности по ГОСТ 12.1.007). Предельно допустимая концентрация его в воздухе рабочей зоны производственных помещений в виде гидроаэрозоля (в пересчете на никель) — 0,005 мг/м³. При увеличении концентрации может вызывать острые и хронические отравления с поражением жизненно важных органов и систем, а также вызывать раздражение кожи с развитием повышенной чувствительности к препарату (дерматиты).

2.2. При работе с препаратом необходимо применять индивидуальные средства защиты (респираторы, защитные очки, резиновые перчатки), а также соблюдать правила личной гигиены и не допускать прямого контакта препарата с кожей и попадания внутрь организма.

2.3. Помещения, в которых проводятся работы с препаратом, должны быть оборудованы общей приточно-вытяжной вентиляцией. Анализ препарата следует проводить в вытяжном шкафу лаборатории.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.4. При проведении анализа препарата с использованием горючих газов необходимо соблюдать правила противопожарной безопасности.

3. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

3.1а. **(Исключен, Изм. № 2).**

3.1. Правила приемки — по ГОСТ 3885.

3.2. Массовую долю цинка изготовитель определяет периодически в каждой 20-й партии.

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

4. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

4.1а. Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025.

Для взвешивания применяют лабораторные весы 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г с ценой деления 0,1 мг и 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г или 1 кг с ценой деления 10 мг или 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г с ценой деления 1 мг.

Допускается применять импортную лабораторную посуду и аппаратуру с техническими и метрологическими характеристиками, а также реактивы по качеству не ниже отечественных.

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

4.1. Отбор проб — по ГОСТ 3885. Масса средней пробы должна быть не менее 130 г.

4.2. Определение массовой доли никеля проводят по ГОСТ 10398. При этом около 0,2000 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, прибавляют 2 см³ воды, 3 см³ раствора соляной кислоты (ГОСТ 3118) с массовой долей 25 %, накрывают колбу часовым стеклом, растворяют при нагревании на кипящей водяной бане, охлаждают, прибавляют 90 см³ воды, перемешивают и далее определение проводят комплексонометрическим методом, используя в качестве индикатора около 0,1 г индикаторной смеси мурексида или 0,4 см³ водного раствора сульфарсазена с массовой долей 0,2 % (с добавлением двух капель раствора аммиака с массовой долей 25 %).

Для установления коэффициента поправки раствора трилона Б концентрации c (ди-Na-ЭДТА) = 0,05 моль/дм^3 (0,05 М) допускается использовать металлический никель марки Н-1у; масса навески металлического никеля для приготовления 1 дм^3 раствора никеля концентрации 0,05 моль/дм^3 — 2,9355 г.

Масса никеля, соответствующая 1 см^3 раствора трилона Б концентрации точно c (ди-Na-ЭДТА) = 0,05 моль/дм^3 — 0,002935 г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,4 %.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа ±0,5 % при доверительной вероятности P = 0,95.

4.1, 4.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

4.3. Определение массовой доли нерастворимых в соляной кислоте веществ

4.3.1. *Реактивы и посуда*

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор с массовой долей 25 %, готовят по ГОСТ 4517.

Тигель фильтрующий ТФ ПОР10 или ТФ ПОР16 по ГОСТ 25336.

Стакан В-1—400 ТХС по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1(3)—100 по ГОСТ 1770—74.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.3.2. *Проведение анализа*

25,00 г препарата помещают в стакан, прибавляют 75 см^3 воды, 75 см^3 раствора соляной кислоты, накрывают стакан часовым стеклом, нагревают до кипения и выдерживают раствор в течение 1 ч на водяной бане. Затем раствор фильтруют через фильтрующий тигель, предварительно высушенный до постоянной массы и взвешенный (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака). Остаток на фильтре промывают 150 см^3 горячей воды и сушат в сушильном шкафу при 105—110 °С до постоянной массы.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса остатка после высушивания не будет превышать:

для препарата чистый для анализа — 1,25 мг;

для препарата чистый — 5 мг.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ±30 % для препарата чистый для анализа и ±15 % для препарата чистый при доверительной вероятности P = 0,95.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4.4. Определение массовой доли нитратов

4.4.1. *Реактивы, растворы и посуда*

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота серная по ГОСТ 4204, концентрированная и раствор с массовой долей 30 %, готовят по ГОСТ 4517.

Карбамид по ГОСТ 6691, раствор с массовой долей 20 %, готовят по ГОСТ 4517.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор с массовой долей 20 %, готовят по ГОСТ 4517.

Натрий салициловокислый, раствор с массовой долей 10 %, готовят по ГОСТ 4517.

Раствор, содержащий NO_3; готовят по ГОСТ 4212; соответствующим разбавлением готовят раствор, содержащий 0,01 мг/см^3 NO_3.

Колба Кн-2—100—22 ТХС по ГОСТ 25336 или стакан В-1—100 ТХС по ГОСТ 25336.

Пипетки 4(5)—2—1(2) и 6(7)—2—5(10) по ГОСТ 29227.

Цилиндр 1(3)—25(50) по ГОСТ 1770.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.4.2. *Проведение анализа*

1,00 г препарата помещают в стакан или в коническую колбу (с меткой на 50 см^3), смачивают 10 см^3 воды и осторожно при перемешивании прибавляют 5 см^3 раствора серной кислоты. Затем охлаждают, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают — раствор А.

0,5 см³ раствора А (соответствуют 0,01 г препарата) помещают в сухой стакан или в коническую колбу (с меткой на 50 см³), прибавляют 0,5 см³ раствора карбамида, 0,25 см³ раствора салициловокислого натрия и осторожно при перемешивании — 3 см³ концентрированной серной кислоты. Раствор выдерживают в течение 5 мин, не охлаждая. Затем осторожно при перемешивании прибавляют 10 см³ воды, 20 см³ раствора аммиака, 10 см³ раствора гидроокиси натрия, охлаждают, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая желтая окраска анализируемого раствора не будет интенсивнее окраски раствора, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме:

для препарата чистый для анализа — 0,005 мг NO_3;

для препарата чистый — 0,04 мг NO_3;

0,5 см³ раствора карбамида, 0,25 см³ раствора салициловокислого натрия (общий объем не должен превышать 1,25 см³), 3 см³ концентрированной серной кислоты, 20 см³ раствора аммиака, 0,5 см³ раствора А и 10 см³ раствора гидроокиси натрия, прибавляемых в указанном порядке.

4.5. Определение массовой доли сульфатов проводят по ГОСТ 10671.5. При этом 1,00 г препарата помещают в стакан вместимостью 100 см³, прибавляют 4 см³ раствора соляной кислоты с массовой долей 25 % и выпаривают на водяной бане досуха. Остаток растворяют в 10 см³ воды (ГОСТ 6709) — раствор А.

10 см³ раствора гидроокиси натрия (ГОСТ 4328) с массовой долей 20 % помещают в стакан вместимостью 100 см³ (с меткой на 50 см³), прибавляют 30 см³ воды, нагревают до кипения, прибавляют 1,2 см³ раствора бромид-бромата натрия и при перемешивании вливают раствор А. Затем раствор охлаждают, доводят его объем водой до метки, тщательно перемешивают и фильтруют в сухой стакан через обеззоленный фильтр «синяя лента», предварительно промытый несколько раз горячим раствором гидроокиси натрия с массовой долей 1 %, а затем водой, отбрасывая первые 5 см³ фильтрата.

25 см³ фильтрата (соответствует 0,5 г препарата) помещают цилиндром (1/3/—25 по ГОСТ 1770) в коническую колбу вместимостью 100 см³ (с меткой на 50 см³), прибавляют 3 см³ раствора гидрохлорида гидроксиламина (ГОСТ 5456) с массовой долей 10 %, 1—2 капли раствора *п*-нитрофенола с массовой долей 0,2 % (готовят по ГОСТ 4919.1) и по каплям при перемешивании раствор соляной кислоты с массовой долей 25 % до обесцвечивания раствора. Далее определение проводят визуально-нефелометрическим (способ 3) методом.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая опалесценция анализируемого раствора не будет интенсивнее опалесценции раствора, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме:

для препарата чистый для анализа — 0,05 мг SO_4;

для препарата чистый — 0,25 мг SO_4;

0,6 см³ раствора бромид-бромата натрия, 3 см³ раствора гидрохлорида гидроксиламина и 3 см³ раствора гидроокиси натрия, нейтрализованных по *п*-нитрофенолу раствором соляной кислоты с массовой долей 25 %, 1 см³ раствора соляной кислоты и 3 см³ раствора хлористого бария.

Раствор бромид-бромата натрия готовят следующим образом:

18,50 г гидроокиси натрия (ГОСТ 4328) помещают в коническую колбу (ГОСТ 25336) вместимостью 250 см³, растворяют в 150 см³ дистиллированной воды (ГОСТ 6709) и при перемешивании прибавляют 7 см³ брома (ГОСТ 4109).

4.6. Определение массовой доли хлоридов проводят по ГОСТ 10671.7. При этом 0,50 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³ (с меткой на 40 см³), растворяют в 4 см³ раствора азотной кислоты с массовой долей 25 % при нагревании на водяной бане до полного растворения препарата. Раствор охлаждают и прибавляют 30 см³ воды.

Если раствор мутный, его фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента», промытый горячим раствором азотной кислоты с массовой долей 1 %. Далее определение проводят фототурбидиметрическим (способ 2) или визуально-нефелометрическим (способ 2) методом, не прибавляя раствор азотной кислоты.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса хлоридов не будет превышать:

для препарата чистый для анализа — 0,015 мг Cl;

для препарата чистый — 0,05 мг Cl.

При визуально-нефелометрическом методе в растворы сравнения вводят раствор водного основного углекислого никеля, не содержащий Cl, который готовят следующим образом: 2,00 г препарата помещают в стакан вместимостью 100 $см^3$, растворяют при нагревании на водяной бане в 16 $см^3$ раствора азотной кислоты с массовой долей 25 %.

Раствор охлаждают, доводят его объем водой до 80 $см^3$, прибавляют 4 $см^3$ раствора азотнокислого серебра, перемешивают и оставляют в покое. Через 18—20 ч раствор фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента», тщательно промытый горячим раствором азотной кислоты с массовой долей 1 %. Для приготовления каждого раствора сравнения берут 21 $см^3$ фильтрата.

При необходимости в результат анализа вносят поправку на массу хлоридов в применяемом количестве азотной кислоты, определяемую контрольным опытом.

При разногласиях в оценке массовой доли хлоридов анализ проводят фототурбидиметрическим методом.

4.4.2—4.6. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

4.7. Определение массовой доли железа, кобальта, меди, свинца, магния и цинка

4.7.1. *Приборы, реактивы и растворы*

Спектрограф типа ИСП-30 с трехлинзовой системой освещения щели и трехступенчатым ослабителем.

Генератор дуги переменного тока типа ДГ-1 или ДГ-2.

Микрофотометр типа МФ-2 или МФ-4.

Спектропроектор типа ПС-18.

Допускается применение других приборов, аналогичных по технологическим и метрологическим характеристикам.

Тигель по ГОСТ 9147.

Лампа инфракрасная мощностью 500 Вт.

Угли графитированные для спектрального анализа ос. ч. марок С-2 и С-3 (электроды угольные) диаметром 6 мм; верхний электрод заточен на усеченный конус, нижний электрод (анод) — в виде цилиндра диаметром 4 мм, высотой 7 мм с цилиндрическим каналом диаметром 2 мм, глубиной 5 мм.

Допускается использовать электроды с каналом диаметром 3,8 мм, глубиной 7 мм.

Фотопластинки спектральные, типа II, светочувствительностью 15 отн. ед.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Гидрохинон (парадиоксибензол) по ГОСТ 19627.

Железо (III) оксид ос. ч. 2—4.

Калий бромистый по ГОСТ 4160.

Кобальт (II, III) оксид по ГОСТ 4467.

Магний окись ос. ч. 11—2.

Медь (II) оксид ос. ч. 9—2 порошок.

Метол (4-метиламинофенол сульфат) по ГОСТ 25664.

Натрий сульфит 7-водный.

Натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный по ГОСТ 27068.

Натрий углекислый по ГОСТ 83.

Натрий углекислый 10-водный по ГОСТ 84.

Натрия хлорид для спектрального анализа, х. ч.

Никель оксид черный ос. ч. 10—2, не содержащий примеси определяемых элементов или с минимальным их содержанием, которое определяют методом добавок в условиях данной методики и учитывают при построении градуировочного графика.

Графит порошковый особой чистоты по ГОСТ 23463.

Проявитель метолгидрохиноновый; готовят следующим образом: раствор А — 2 г метола, 10 г гидрохинона и 104 г 7-водного сульфита натрия растворяют в воде, доводят объем раствора водой до 1 $дм^3$, перемешивают и, если раствор мутный, его фильтруют; раствор Б — 16 г углекислого натрия (или 40 г 10-водного углекислого натрия) и 2 г бромистого калия растворяют в воде, доводят объем раствора водой до 1 $дм^3$, перемешивают и, если раствор мутный, его фильтруют. Затем растворы А и Б смешивают в равных объемах.

Свинца (II) оксид для спектрального анализа, х. ч.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300, высшего сорта.

Цинк оксид, ос. ч. 14—2.

Фиксаж быстродействующий; готовят следующим образом: 500 г 5-водного серноватистокислого натрия и 100 г хлористого аммония растворяют в воде, доводят объем раствора водой до 2 $дм^3$, перемешивают и, если раствор мутный, его фильтруют.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4.7.2. *Подготовка к анализу*

4.7.2.1. *Приготовление анализируемой пробы*

2,00 г препарата помещают в фарфоровый тигель вместимостью 50 $см^3$, высушивают на электрической плите, прокаливают в муфельной печи при 850 °С в течение 30 мин, охлаждают и растирают в ступке из органического стекла. Затем 0,100 г полученного оксида никеля (II), 0,100 г порошкового графита и 0,005 г хлорида натрия взвешивают, тщательно перемешивают в течение 10 мин в ступке из органического стекла и помещают в канал нижнего электрода.

4.7.2.2. *Приготовление образцов для построения градуировочных графиков*

Предварительно готовят образец А с массовой долей железа, меди и свинца по 1 % и кобальта, магния и цинка по 2 % (в пересчете на металл). Для этого 4,3361 г порошкового графита, 0,1352 г оксида кобальта (II, III), 0,0715 г оксида железа (III), 0,0626 г оксида меди (II), 0,1658 г окиси магния, 0,0539 г оксида свинца (II) и 0,1244 г оксида цинка помещают в ступку из органического стекла и тщательно растирают и перемешивают в течение 2 ч.

Образцы с убывающей массовой долей примесей готовят разбавлением образца А и последующих образцов порошковым графитом в соответствии с табл. 2.

Таблица 2

Номер образца	Массовая доля примеси, %						Масса порошкового графита, г	Разбавляемый образец		Общая масса образца, г
	Fe	Co	Cu	Pb	Mg	Zn		масса	номер	
1	0,1	0,2	0,1	0,1	0,2	0,2	3,6	0,4	А	4
2	0,025	0,05	0,025	0,025	0,05	0,05	3	1	1	4
3	0,01	0,02	0,01	0,01	0,02	0,02	3,6	0,4	1	4
4	0,005	0,01	0,005	0,005	0,01	0,01	3,2	0,8	2	4
5	0,002	0,004	0,002	0,002	0,004	0,004	3,2	0,8	3	4
6	0,001	0,002	0,001	0,001	0,002	0,002	3,6	0,4	3	4

Затем 0,100 г каждого образца, 0,100 г черного оксида никеля, используемого в качестве основы, и 0,005 г хлорида натрия помещают в ступку из органического стекла и тщательно перемешивают в течение 10 мин. Получают образцы для построения градуировочного графика; каждый образец помещают в кратер нижнего электрода.

4.7.2.1, 4.7.2.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

4.7.3. *Проведение анализа*

Анализ проводят в дуге переменного тока при указанных ниже условиях.

Сила тока, А	8
Ширина щели спектрографа, мм	0,012
Высота диафрагмы на средней линзе конденсорной системы, мм	3,2
Дуговой промежуток, мм	2
Экспозиция, с	30

Перед съемкой спектрограммы электроды обжигают в течение 1 мин при силе тока 12 А и снимают спектрограмму для контроля на отсутствие в электродах определяемых примесей.

Непосредственно перед анализом электроды с анализируемой пробой и образцами для построения градуировочного графика подсушивают под инфракрасной лампой в течение 20 мин, зажигают дугу переменного тока и снимают спектрограмму.

Спектры анализируемой пробы и образцов снимают на одной фотопластинке не менее трех раз, ставя каждый раз новую пару электродов. Щель открывают до зажигания дуги.

4.7.4. *Обработка результатов*

Фотопластинки со снятыми спектрами проявляют, промывают в проточной воде, фиксируют, снова промывают и высушивают на воздухе.

Затем проводят фотометрирование аналитических спектральных линий определяемых примесей и соседнего фона, пользуясь логарифмической шкалой, по соответствующей ступени ослабителя, используя следующие аналитические линии (нм):

Fe — 259,94;
Co — 242,49;
Cu — 324,70 и 327,40;
Mg — 279,55 и 277,98;
Pb — 283,31;
Zn — 334,50.

Для каждой аналитической пары вычисляют разность почернений по формуле

$$\Delta S = S_{л+ф} - S_{ф},$$

где $S_{л+ф}$ — почернение линии+фона;
$S_{ф}$ — почернение фона.

По трем значениям разности почернений определяют среднее арифметическое значение $\Delta S'$ для каждого элемента. По значениям $\Delta S'$ образцов для построения градуировочных графиков для каждого определяемого элемента строят градуировочный график, откладывая на оси абсцисс логарифмы массовых долей, на оси ординат — средние арифметические значения разности почернений $\Delta S'$.

Массовую долю каждой примеси в препарате находят по графику. Найденное значение примеси по графику делят на коэффициент пересчета, который зависит от массовой доли никеля в водном основном углекислом никеле (II) — по табл. 3.

Таблица 3

Массовая доля никеля в препарате, %	Масса анализируемого препарата, эквивалентная по содержанию никеля 4 г окиси никеля (II), г	Коэффициент пересчета	Массовая доля никеля в препарате, %	Масса анализируемого препарата, эквивалентная по содержанию никеля 4 г окиси никеля (II), г	Коэффициент пересчета
42	7,49	1,87	47	6,69	1,67
43	7,31	1,83	48	6,55	1,64
44	7,15	1,79	49	6,42	1,61
45	6,99	1,75	50	6,29	1,57
46	6,83	1,71			

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 30 %.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ±50 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

Допускается проводить определение железа сульфосалициловым методом по ГОСТ 10555, меди — диэтилдитиокарбаматным методом по ГОСТ 10554, цинка — атомно-абсорбционным методом.

При разногласиях в оценке массовой доли железа и меди анализ проводят спектрографическим методом, цинка — атомно-абсорбционным методом.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.8. Определение массовой доли цинка атомно-абсорбционным методом проводят по ГОСТ 22001.

4.8.1. *Подготовка к анализу*

4.8.1.1. *Приготовление анализируемых растворов*

1,00 г препарата помещают в выпарительную чашку (ГОСТ 9147), прибавляют 30 см³ раствора соляной кислоты с массовой долей 25 %, растворяют, выпаривают до образования влажной соли, прибавляют 20 см³ воды, растворяют, раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³, доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают.

Таблица 4

Номер раствора сравнения	Масса цинка в 50 см³ раствора сравнения, мг	Массовая доля цинка в растворе сравнения в пересчете на препарат, %
1	0,04	0,004
2	0,1	0,01
3	0,5	0,05
4	1,0	0,1

4.8.1.2. *Приготовление растворов сравнения*

Для приготовления каждого раствора сравнения 1,76 г 6-водного хлорида никеля ос. ч. 11—3, не содержащего примеси цинка или с минимальным его содержанием, которое определяют методом добавок в условиях данной методики и учитывают при построении градуировочного графика, помещают в мерную колбу вместимостью 50 см³, растворяют в 20 см³ воды и прибавляют пипетками указанные в табл. 4 массы цинка в виде растворов, содержащих 1 и 0,1 мг/см³ Zn. Затем растворы перемешивают, доводят объем каждого раствора водой до метки и снова тщательно перемешивают. Далее определение проводят по ГОСТ 22001.

4.8.1.1, 4.8.1.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

4.9. Определение массовой доли натрия, калия и кальция

4.9.1. *Приборы, реактивы, растворы и посуда*

Фотометр пламенный, а также спектрофотометр на основе спектрографа типа ИСП-51 (или универсального монохроматора УМ-2) с фотоэлектрической приставкой типа ФЭП-1 или спектрофотометр типа «Сатурн» в эмиссионном режиме. Допускается использование других приборов, аналогичных по техническим и метрологическим характеристикам.

Фотоумножители типов ФЭУ-17, ФЭУ-22, ФЭУ-38.

Горелка.

Распылитель.

Колба 2—100—2 по ГОСТ 1770.

Колба Кн-2—100—22 ТХС по ГОСТ 25336.

Пипетки 4(5)—2—1(2) по ГОСТ 29227.

Цилиндр 1(3)—50(100) по ГОСТ 1770.

Ацетилен растворенный технический по ГОСТ 5457.

Пропан-бутан или газ из городской сети.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709, вторично перегнанная в кварцевом дистилляторе, или вода деминерализованная.

Воздух сжатый для питания контрольно-измерительных приборов.

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

Растворы, содержащие Na, K и Ca; готовят по ГОСТ 4212, соответствующим разбавлением и смешением получают раствор, содержащий по 0,1 мг/см³ Na, K и Ca.

Никель (II) хлорид 6-водный, не содержащий определяемых примесей (готовят многократной перекристаллизацией 6-водного хлорида никеля (II) по ГОСТ 4038) или с минимальным их содержанием, которое определяют методом добавок на спектрофотометре и учитывают при построении градуировочного графика.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.9.2. *Подготовка к анализу*

4.9.2.1. *Приготовление анализируемого раствора*

1,00 г препарата помещают в коническую колбу, прибавляют 30 см³ раствора соляной кислоты, растворяют при нагревании, выпаривают до образования влажной соли, остаток растворяют в 50 см³ воды, количественно переносят в мерную колбу, доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают.

4.9.2.2. *Приготовление растворов сравнения*

Для приготовления каждого раствора сравнения 1,76 г 6-водного хлорида никеля (II) (соответствуют 1 г препарата), не содержащего определяемых примесей, помещают в мерную колбу, растворяют в 50 см³ воды и прибавляют указанные в табл. 5 массы Na, K и Ca (в виде растворов, содержащих 0,1 и 1 мг/см³). Затем растворы перемешивают, доводят объем каждого раствора водой до метки и тщательно перемешивают.

Таблица 5

Номер раствора	Масса добавок в 100 см³ раствора сравнения, мг			Массовая доля примеси в растворе сравнения в пересчете на препарат, %		
	Na	K	Ca	Na	K	Ca
1	0,5	0,2	0,2	0,05	0,02	0,02
2	1	0,5	0,5	0,1	0,05	0,05
3	2	1	1	0,2	0,1	0,1

4.9.2.1, 4.9.2.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

4.9.3. *Проведение анализа*

Для анализа берут не менее двух навесок препарата.

Сравнивают интенсивность излучения резонансных линий Na — 589,0—589,6 нм, K — 766,5 нм и Ca — 422,7 нм, возникающих в спектре пламени газ—воздух при введении в него анализируемого раствора и растворов сравнения.

После подготовки прибора к анализу проводят фотометрирование спектра воды, применяемой для приготовления растворов, а также анализируемых растворов и растворов сравнения, в порядке возрастания содержания определяемых примесей. После этого проводят фотометрирование в обратной последовательности, начиная с максимального содержания примесей, и вычисляют среднее арифметическое значение интенсивности излучения для каждого раствора, учитывая в качестве поправки отсчет, полученный при фотометрировании воды. После каждого замера распыляют воду.

4.9.4. *Обработка результатов*

По полученным данным для растворов сравнения строят градуировочный график, откладывая значения интенсивности излучения на оси ординат, массовую долю примеси в пересчете на препарат — на оси абсцисс.

Массу каждой примеси в препарате находят по графику.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если суммарная массовая доля натрия, калия, кальция и магния (определяемая по п. 4.7) не превышает допускаемых норм.

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

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ±10 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

5. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

5.1. Препарат упаковывают и маркируют в соответствии с ГОСТ 3885.

Вид и тип тары: 2—1, 2—4, 6—1, 11—1.

Группа фасовки: III, IV, V, VI, VII (не более 15 кг).

Транспортная маркировка по ГОСТ 14192 с нанесением знаков опасности по ГОСТ 19433 (класс 6, подкласс 6.1, чертеж 6б, классификационный шифр 6163).

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

5.2. Препарат перевозят всеми видами транспорта в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими на данном виде транспорта.

5.3. Препарат хранят в упаковке изготовителя в крытых складских помещениях.

6. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

6.1. Изготовитель гарантирует соответствие препарата требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

6.2. Гарантийный срок хранения препарата — три года со дня изготовления.

Разд. 6. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

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

   РАЗРАБОТЧИКИ

   Г. В. Грязнов, Т. Г. Манова, И. Л. Ротенберг, З. М. Ривина, Л. В. Кидиярова, Е. К. Богомолова, А. С. Мунькин, Л. Н. Серебрякова, А. М. Савельев, В. А. Макаров

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 22.11.78 № 3071**

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 4466—70**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 12.1.007—76	2.1	ГОСТ 6691—77	4.4.1
ГОСТ 83—79	4.7.1	ГОСТ 6709—72	4.3.1, 4.4.1, 4.5, 4.7.1, 4.9.1
ГОСТ 84—76	4.7.1	ГОСТ 9147—80	4.7.1, 4.8.1.1
ГОСТ 1770—74	4.3.1, 4.4.1, 4.5, 4.9.1	ГОСТ 10398—76	4.2
ГОСТ 3118—77	4.2, 4.3.1, 4.9.1	ГОСТ 10554—74	4.7.4
ГОСТ 3760—79	4.4.1	ГОСТ 10555—75	4.7.4
ГОСТ 3773—72	4.7.1	ГОСТ 10671.5—74	4.5
ГОСТ 3885—73	3.1, 4.1, 5.1	ГОСТ 10671.7—74	4.6
ГОСТ 4038—79	4.9.1	ГОСТ 14192—96	5.1
ГОСТ 4109—79	4.5	ГОСТ 18300—87	4.7.1
ГОСТ 4160—74	4.7.1	ГОСТ 19433—88	5.1
ГОСТ 4204—77	4.4.1	ГОСТ 19627—74	4.7.1
ГОСТ 4212—76	4.4.1, 4.9.1	ГОСТ 22001—87	4.8, 4.8.1.2
ГОСТ 4328—77	4.4.1, 4.5	ГОСТ 23463—79	4.7.1
ГОСТ 4467—79	4.7.1	ГОСТ 25336—82	4.3.1, 4.4.1, 4.5, 4.9.1
ГОСТ 4517—87	4.3.1, 4.4.1	ГОСТ 25664—83	4.7.1
ГОСТ 4919.1—77	4.5	ГОСТ 27025—86	4.1а
ГОСТ 5456—79	4.5	ГОСТ 27068—86	4.7.1
ГОСТ 5457—75	4.9.1	ГОСТ 29227—91	4.4.1, 4.9.1

5. **Ограничение срока действия снято по протоколу № 4—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 4—94)**

6. **ПЕРЕИЗДАНИЕ (июнь 1998 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в августе 1984 г., мае 1989 г. (ИУС 11—84, 8—89)**

Редактор *Т. А. Леонова*
Технический редактор *Л. А. Кузнецова*
Корректор *О. Я. Чернецова*
Компьютерная верстка *А. Г. Хомченко*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 30.06.98. Подписано в печать 14.08.98. Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,18.
Тираж 161 экз. С/Д 5957. Зак. 621.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Калужской типографии стандартов на ПЭВМ.
Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256.
ПЛР № 040138

gost.e-ecolog.ru