ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

РЕАКТИВЫ

НИКЕЛЯ ОКИСЬ ЧЕРНАЯ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 4331—78

Издание официальное

БЗ 12—97

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 546.742-31-41:006.354 Группа Л51

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

Реактивы

НИКЕЛЯ ОКИСЬ ЧЕРНАЯ

Технические условия

ГОСТ 4331—78

Reagents Nickelic black oxide Specifications

ОКП 26 1121 0761 03

Дата введения 01.01.80

Настоящий стандарт распространяется на черную окись никеля, представляющую собой порошок черного или серо-черного цвета, нерастворимую в воде, растворимую в минеральных кислотах

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1 1 Черная окись никеля должна быть изготовлена в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке

1 2 По физико-химическим показателям черная окись никеля должна соответствовать нормам, указанным в табл 1

Таблица 1

Наименование показателя	Норма
	Чистый (ч)
1 Массовая доля никеля (Ni), % не менее	77
2 Массовая доля нерастворимых в соляной кислоте веществ, %, не более	0,2
3 Массовая доля общего азота (N), %, не более	0,015
4 Массовая доля сульфатов (SO_4), %, не более	0,01
5 Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более	0,005
6 Массовая доля железа, (Fe), %, не более	0,003
7 Массовая доля кобальта (Co), %, не более	0,15
8 Массовая доля меди (Cu), %, не более	0,01
9 Массовая доля цинка (Zn), %, не более	0,02
10 Массовая доля суммы калия, натрия, кальция и магния (K+Na+Ca+Mg), %, не более	0,15

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

Издание официальное
★

Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1978
© ИПК Издательство стандартов, 1998
Переиздание с Изменениями

2. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2.1. Окись никеля относится ко 2-му классу опасности (ГОСТ 12.1.007). Предельно допустимая концентрация ее в воздухе рабочей зоны производственных помещений составляет 0,5 мг/м^3.

При увеличении концентрации окись никеля в виде пыли действует раздражающе на слизистые оболочки и кожные покровы.

2.2. При работе с препаратом следует применять индивидуальные средства защиты (респираторы, защитные очки, резиновые перчатки), а также соблюдать правила личной гигиены.

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

2.4. **(Исключен, Изм. № 1).**

3. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

3.1. Правила приемки — по ГОСТ 3885.

3.2. Массовую долю сульфатов, хлоридов, кобальта и цинка изготовитель определяет периодически в каждой 20-й партии.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

4. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

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

При взвешивании применяют лабораторные весы по ГОСТ 24104 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г или 1 кг или 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Допускается применение импортной лабораторной посуды и аппаратуры по классу точности и реактивов по качеству не ниже отечественных.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

4.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885. Масса средней пробы должна быть не менее 40 г.

4.2. Определение массовой доли никеля

Определение проводят по ГОСТ 10398.

При этом около 0,1000 г тонкорастертого препарата помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3 (с меткой на 100 см^3), прибавляют 10 см^3 воды, обмывая стенки колбы, прибавляют 2 см^3 раствора соляной кислоты с массовой долей 25 % (ГОСТ 3118), накрывают колбу часовым стеклом, нагревают на электроплитке до полного растворения препарата, охлаждают, доводят объем раствора водой до метки, перемешивают и далее определение проводят комплексонометрическим методом, используя в качестве индикатора 0,4 см^3 водного раствора сульфарсазена с массовой долей 0,2 % (с добавлением двух капель раствора аммиака с массовой долей 25 %) или 0,10 г индикаторной смеси мурексида.

Масса никеля, соответствующая 1 см^3 раствора ди-Na-ЭДТА концентрации точно 0,05 моль/дм^3, равна 0,002935.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,35 % от среднего арифметического.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ±0,6 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

4.1—4.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

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 %.

Тигель фильтрующий типа ТФ ПОР10 или ТФ ПОР16 по ГОСТ 25336.

Стакан В(Н)-1—250 по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1(3)—100 по ГОСТ 1770.

4.3.2. *Проведение анализа*

5,00 г препарата помещают в стакан вместимостью 200—300 см³, прибавляют 30 см³ раствора соляной кислоты, растворяют при нагревании, прибавляют 70 см³ воды, нагревают до кипения и, накрыв стакан часовым стеклом, 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 100 см³ 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 10 мг.

4.4. Определение массовой доли общего азота

Определение проводят по ГОСТ 10671.4.

При этом 0,30 г препарата помещают в круглодонную колбу (К-2—250—34 ТХС по ГОСТ 25336), прибавляют 5 см³ воды, 3 см³ раствора соляной кислоты с массовой долей 25 %, накрывают часовым стеклом и растворяют при слабом нагревании, охлаждают, доводят объем раствора водой до 50 см³ и далее определение проводят фотометрическим или визуально-колориметрическим методом, прибавляя 8 см³ раствора гидроокиси натрия (вместо 10 см³).

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса азота не будет превышать 0,045 мг.

При разногласиях в оценке массовой доли азота анализ проводят фотометрическим методом.

4.5. Определение массовой доли сульфатов

Определение проводят по ГОСТ 10671.5. При этом 1,00 г препарата помещают в стакан вместимостью 100 см³, прибавляют 10 см³ концентрированной соляной кислоты, накрывают часовым стеклом, растворяют, а затем выпаривают досуха на песчаной бане. К сухому остатку прибавляют 10 см³ воды и растворяют при нагревании — раствор А.

10 см³ раствора гидроокиси натрия с массовой долей 20 % (ГОСТ 4328) 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, а затем при перемешивании вливают раствор А. Объем раствора доводят водой до метки, тщательно перемешивают и фильтруют в сухой стакан.

25 см³ фильтрата (соответствуют 0,5 г препарата) помещают в стакан вместимостью 100 см³ (с меткой на 50 см³), прибавляют 3 см³ раствора гидрохлорида гидроксиламина с массовой долей 10 % (готовят по ГОСТ 4517), 1—2 капли раствора *п*-нитрофенола с массовой долей 0,2 % (готовят по ГОСТ 4919.1) и при перемешивании раствор соляной кислоты с массовой долей 25 % до обесцвечивания раствора (около 2 см³) и далее заканчивают определение визуально-нефелометрическим методом в объеме 50 см³.

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 0,05 мг SO_4, 0,6 см³ раствора бромид-бромата натрия, 3 см³ раствора гидрохлорида гидроксиламина с массовой долей 10 %, 3 см³ раствора гидроокиси натрия с массовой долей 20 % (нейтрализованного 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

Определение проводят по ГОСТ 10671.7. При этом 0,50 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³ (с меткой на 40 см³ и 50 см³), прибавляют 5 см³ раствора азотной кислоты с массовой долей 25 %, нагревают на электроплитке с обратным холодильником (ГОСТ 25336) до полного растворения препарата. Раствор охлаждают, холодильник смывают 10—15 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 (в объеме 50 см³) или визуально-нефелометрическим (в объеме 40 см³) методом.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса хлоридов не будет превышать 0,025 мг.

При визуально-нефелометрическом методе в растворы сравнения вводят раствор черной окиси никеля в азотной кислоте, не содержащий хлора, который готовят следующим образом: 2,00 г препарата помещают в стакан вместимостью 250 см³ (с меткой на 100 см³), растворяют при нагревании в 20 см³ раствора азотной кислоты с массовой долей 25 %, охлаждают, прибавляют 60 см³ воды, 4 см³ раствора азотнокислого серебра, доводят объем раствора водой до метки, перемешивают и оставляют в покое на 18—20 ч. Затем раствор фильтруют через беззольный фильтр, тщательно промытый горячим раствором азотной кислоты с массовой долей 1 %.

Для приготовления каждого раствора сравнения используют 25 см³ фильтрата.

При разногласиях в оценке массовой доли хлоридов анализ проводят фототурбидиметрическим методом (в объеме 50 см³).

4.3.1—4.6. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

4.7. Определение массовой доли железа, кобальта, меди, магния

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.

Микрофотометр типа МФ-2.

Спектропроектор типа ПС-18.

Допускается применение других приборов с аналогичными метрологическими характеристиками.

Лампа инфракрасная мощностью 500 Вт.

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

Графит порошковый особой чистоты по ГОСТ 23463.

Железо (III) оксид.

Кобальта (II) оксид, ч.

Магний окись ос. ч. 11—1.

Меди (II) окись по ГОСТ 16539.

Никеля окись черная ос. ч. 10—2, не содержащая примеси определяемых элементов или с минимальной массовой долей их, определяемой методом добавок в условиях данной методики. В последнем случае их учитывают при построении градуировочного графика.

Фотопластинки спектральные типа II, чувствительностью 15 отн. ед.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773.

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

Гидрохинон (парадиоксибензол) по ГОСТ 19627.

Калий бромистый по ГОСТ 4160.

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.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300, высшего сорта.

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 дм³, 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 дм³, перемешивают, и, если раствор мутный, его фильтруют. Затем растворы А и Б смешивают в равных объемах.

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).

4.7.2. *Подготовка к анализу*

4.7.2.1. *Приготовление анализируемой пробы*

0,250 г препарата тщательно перемешивают с 0,25 г графитового порошка в течение 10 мин в ступке из органического стекла и плотно набивают в кратер нижнего угольного электрода.

4.7.2.2. *Приготовление образцов для построения градуировочных графиков*

Предварительно готовят образец А с массовой долей Mg и Cu 1 %, Fe 0,3 %, Co 20 %. Для этого 3,5616 г графитового порошка, 0,0214 г окиси железа, 0,0830 г окиси магния, 1,2715 г окиси кобальта, 0,0625 г окиси меди помещают в ступку из органического стекла, перемешивают с добавлением этилового спирта (2—3 $см^3$) в течение 4 ч и высушивают под инфракрасной лампой при 60—70 °С. Остальные образцы с убывающей массовой долей примесей готовят разбавлением образца А и последующих образцов графитовым порошком в соответствии с табл. 2.

Таблица 2

Номер образца	Массовая доля примеси, %				Масса графитового порошка, г	Масса разбавляемого образца, г	Общая масса образца, г
	Fe	Mg	Co	Cu			
1	0,03	0,1	2	0,1	4,5	0,5 обр. А	5
2	0,006	0,02	0,4	0,02	4,0	1 обр. 1	5
3	0,003	0,01	0,2	0,01	4,5	0,5 обр. 1	5
4	0,0015	0,005	0,1	0,005	3,75	1,25 обр. 2	5

0,25 г каждого образца и 0,25 г черной окиси никеля марки ос. ч. 10—2, используемой в качестве основы, тщательно перемешивают в течение 10 мин в ступке из органического стекла. Получают образцы для построения градуировочных графиков; каждый образец плотно набивают в кратер нижнего электрода (анода).

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.7.3. *Проведение анализа*

Перед съемкой спектрограммы электроды обжигают в дуге переменного тока в течение 1 мин при силе тока 10 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 и снимают спектрограмму при следующих условиях:

сила тока, А	7
ширина щели, мм	0,015
высота диафрагмы на средней линзе конденсорной системы, мм	2,5
экспозиция, с	40
дуговой промежуток, мм	2

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

4.7.4. *Обработка результатов*

Фотопластинку со снятыми спектрами проявляют, промывают в проточной воде, фиксируют, снова промывают в воде, сушат на воздухе. Затем проводят фотометрирование аналитических спектральных линий определяемых примесей и линии соседнего фона, пользуясь логарифмической шкалой (нм):

Fe — 259,9

Co — 242,49

Cu — 327,4

Mg — 279,55 или 277,98

Для каждой аналитической пары вычисляют разность почернений ΔS:

$$\Delta S = S_{л+ф} - S_{ф},$$

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

$S_{ф}$ — почернение фона.

По трем значениям разности почернений определяют среднее арифметическое значение $\Delta S'$ для каждого определяемого элемента. По значениям $\Delta S'$ образцов для построения градуировочного графика для каждого определяемого элемента строят градуировочный график, откладывая на оси абсцисс логарифмы концентраций, а на оси ординат — среднее арифметическое значение разности почернений ($\Delta S'$).

Массовую долю каждой примеси в препарате находят по графику.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 40 %.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ±20 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.8. Определение массовой доли цинка

4.8.1. *Приборы, реактивы и растворы*

Спектрофотометр атомно-абсорбционный, обеспечивающий чувствительность определения цинка 0,04 мкг/см³ на 1 % поглощения.

Лампа безэлектродная высокочастотная ВСБ — Zn или ВСБ — Zn, Cd.

Колба 2—50—2 по ГОСТ 1770.

Колба Кн-2—100—22 ТХС по ГОСТ 25336.

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

Цилиндр 1(3)—50(100) по ГОСТ 1770.

Ацетилен растворенный и газообразный технический по ГОСТ 5457.

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

Воздух сжатый для питания контрольно-измерительных приборов.

Никеля окись черная ос. ч. 10—2, не содержащая примеси цинка или с известной массовой долей его, определенной методом добавок в условиях данной методики.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, х. ч.

Раствор, содержащий Zn; готовят по ГОСТ 4212, соответствующим разбавлением готовят раствор А, содержащий 0,1 мг/см³ Zn, и раствор Б, содержащий 0,001 мг/см³ Zn.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.8.2. *Подготовка к анализу*

4.8.2.1. *Подготовка анализируемой пробы*

0,500 г препарата помещают в коническую колбу, приливают 5 см³ азотной кислоты, растворяют при нагревании и упаривают до образования влажной соли, охлаждают и растворяют в 20 см³ воды. Раствор количественно переносят в мерную колбу, доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают.

4.8.2.2. *Приготовление растворов сравнения*

Для приготовления каждого раствора сравнения 0,500 г черной окиси никеля ос. ч. 10—2 помещают в колбу, приливают 5 см³ азотной кислоты, растворяют при нагревании, выпаривают до образования влажной соли, охлаждают, растворяют в 20 см³ воды и прибавляют указанные в табл. 3 объемы раствора А. Раствор количественно переносят в мерную колбу, доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают.

Таблица 3

Номер раствора сравнения	Объем раствора А, см³	Масса Zn в 50 см³ раствора сравнения, мг	Массовая доля в растворе сравнения Zn в пересчете на препарат, %
1	0,5	0,05	0,01
2	1,0	0,1	0,02
3	2,0	0,2	0,04

4.8.2.1, 4.8.2.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

4.8.3. *Проведение анализа*

Для анализа берут не менее двух навесок препарата.

Сравнивают интенсивность излучения резонансной линии Zn—213,9 нм, возникающей в спектре пламени ацетилен—воздух, при введении в него анализируемого раствора и растворов сравнения.

Прибор считают подготовленным к проведению анализа, если при распылении в пламя раствора Б поглощение линии Zn составляет 30—40 %. Фотометрируют вначале воду, применяемую для приготовления растворов, затем анализируемый раствор и растворы сравнения в порядке возрастания концентраций цинка, распыляя после каждого замера воду. Фотометрирование в указанной последовательности повторяют три раза. Затем вычисляют среднее арифметическое значение поглощения (П) в процентах.

4.8.4. *Обработка результатов*

По полученным данным для растворов сравнения строят градуировочный график, откладывая на оси абсцисс массовую долю цинка в процентах, а на оси ординат — значение поглощения в процентах.

Массовую долю цинка в процентах в препарате находят по графику.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 10 %.

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

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.9. Определение массовой доли суммы калия, натрия и кальция

4.9.1. *Приборы, реактивы и растворы*

Фотометр пламенный или спектрофотометр на основе спектрографа ИСП-51 (или универсального монохроматора) с фотоэлектрической приставкой ФЭП-1 с соответствующим фотоумножителем или спектрофотометр «Сатурн»; допускается использование других приборов с аналогичными метрологическими характеристиками.

Горелка.

Распылитель.

Колба 2—100—2 по ГОСТ 1770.

Колба Кн-2—250—34 ТХС по ГОСТ 25336.

Пипетки 6(7)—2—5—(10) по НТД.

Цилиндр 1(3)—50(100) по ГОСТ 1770.

Ацетилен растворенный и газообразный технический по ГОСТ 5457.

Воздух сжатый для питания контрольно-измерительных приборов.

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

Кислота азотная по ГОСТ 4461, х. ч., раствор с массовой долей 25 %.

Растворы, содержащие K, Na и Ca; готовят по ГОСТ 4212, соответствующим разбавлением и смешиванием готовят раствор, содержащий по 0,1 мг/см^3 K, Na и Ca — раствор А.

Никель азотнокислый 6-водный по ГОСТ 4055, не содержащий K, Na и Ca; готовят многократной перекристаллизацией. При наличии примесей их определяют методом добавок в условиях данной методики и учитывают при построении градуировочного графика.

Все растворы, а также воду, применяемую для их приготовления, хранят в полиэтиленовой или кварцевой посуде.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.9.2. *Подготовка к анализу*

4.9.2.1. *Приготовление анализируемого раствора*

1,00 г препарата помещают в коническую колбу, прибавляют 10 см^3 раствора азотной кислоты и растворяют при нагревании, закрыв колбу часовым стеклом. Раствор упаривают до влажной соли, остаток растворяют в воде. Раствор количественно переносят в мерную колбу, доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают.

4.9.2.2. *Приготовление растворов сравнения*

При приготовлении каждого раствора сравнения 3,810 г 6-водного азотнокислого никеля (соответствуют 1 г препарата) помещают в мерную колбу, растворяют в 50 см³ воды и прибавляют указанные в табл. 4 объемы раствора А. Объем каждого раствора доводят водой до метки и тщательно перемешивают.

Таблица 4

Номер раствора сравнения	Объем раствора А, см³	Масса добавок в 100 см³ раствора сравнения, мг			Массовая доля примеси в растворе сравнения в пересчете на препарат, %		
		K	Na	Ca	K	Na	Ca
1	2	0,2	0,2	0,2	0,02	0,02	0,02
2	5	0,5	0,5	0,5	0,05	0,05	0,05
3	10	1,0	1,0	1,0	0,1	0,1	0,1

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

4.9.3. *Проведение анализа*

Для анализа берут не менее двух навесок препарата.

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

После подготовки прибора к анализу проводят фотометрирование воды, применяемой для приготовления растворов, а также анализируемых растворов и растворов сравнения, в порядке возрастания массовой доли определяемых примесей.

После этого проводят фотометрирование в обратной последовательности, начиная с максимальной массовой доли, и вычисляют среднее арифметическое значение интенсивности излучения для каждого раствора, учитывая в качестве поправки отсчет 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 процентах на оси абсцисс.

Массовую долю каждой примеси в процентах находят по графику.

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. № 1).

5. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

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

Вид и тип тары: 2—1, 2—2, 2—4, 2—9, 6—1 и 11—1.

Группа фасовки: III, IV,V,VI и VII.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

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 черной окиси никеля требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

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

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

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности

РАЗРАБОТЧИКИ

Л. Н. Серебрякова, В. А. Макаров, А. М. Савельева, Л. В. Бряник, Т. Г. Манова, И. Л. Ротенберг, З. М. Ривина, З. М. Сульман, Л. В. Кидиярова, И. В. Жарова

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 30 ноября 1978 г. № 3193

3. ВЗАМЕН ГОСТ 4331—73

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на которые даны ссылки	Номер пункта, подпункта	Обозначение НТД, на которые даны ссылки	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 12.1.007—76	2.1	ГОСТ 6709—72	4.3.1, 4.5, 4.7.1, 4.8.1, 4.9.1
ГОСТ 83—79	4.7.1		
ГОСТ 84—76	4.7.1	ГОСТ 10398—76	4.2
ГОСТ 1770—74	4.3.1, 4.8.1, 4.9.1	ГОСТ 10671.4—74	4.4
ГОСТ 3118—77	4.2, 4.3.1	ГОСТ 10671.5—74	4.5
ГОСТ 3773—72	4.7.1	ГОСТ 10671.7—74	4.6
ГОСТ 3885—73	3.1, 4.1, 5.1	ГОСТ 16539—79	4.7.1
ГОСТ 4055—78	4.9.1	ГОСТ 18300—87	4.7.1
ГОСТ 4109—79	4.5	ГОСТ 19627—74	4.7.1
ГОСТ 4160—74	4.7.1	ГОСТ 23463—79	4.7.1
ГОСТ 4212—76	4.8.1, 4.9.1	ГОСТ 24104—88	4.1а
ГОСТ 4328—77	4.5	ГОСТ 25336—82	4.3.1, 4.4, 4.5, 4.6, 4.8.1, 4.9.1
ГОСТ 4461—77	4.8.1, 4.9.1		
ГОСТ 4517—87	4.5	ГОСТ 25664—83	4.7.1
ГОСТ 4919.1—77	4.5	ГОСТ 27025—86	4.1а
ГОСТ 5457—75	4.8.1, 4.9.1	ГОСТ 27068—86	4.7.1

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

6. ПЕРЕИЗДАНИЕ (июль 1998 г.) с Изменением № 1, утвержденным в декабре 1988 г. (ИУС 3—89)

Редактор *Р. Г. Говердовская*
Технический редактор *Л. А Кузнецова*
Корректор *Н. И. Гаврищук*
Компьютерная верстка *В. И Матюшенко*

Изд лиц № 021007 от 10 08 95 Сдано в набор 30 06 98 Подписано в печать 26 08 98 Усл печ л 1,40 Уч -изд л 1,05
Тираж 145 экз С 1028 Зак 1311

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