ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

НИКЕЛЬ СЕРНОКИСЛЫЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 2665—86

Издание официальное

Е

БЗ 9—93

ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 661.874.532:006.354 Группа Л14

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

НИКЕЛЬ СЕРНОКИСЛЫЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ

Технические условия

ГОСТ 2665—86

Technical nickel sulphate.
Specifications

ОКП 17 3243

Дата введения 01.01.88

Настоящий стандарт распространяется на технический сернокислый никель, получаемый из полупродуктов никель-кобальтового и медного производства и предназначенный для никелирования электротехнической, парфюмерной, химической промышленности и на экспорт.

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Технический сернокислый никель должен быть изготовлен в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

1.2. Настоящий стандарт распространяется на сернокислый технический никель, который выпускается марок НС-0 и НС-1.

Сернокислый технический никель марки НС-0 получают из отходов производства меди и применяют для изготовления химических реактивов и других целей; марки НС-1 — из сернокислых никелевых растворов производства кобальта и применяют для никелирования, аккумуляторной, жировой, парфюмерной промышленности и других целей.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

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

Издание официальное ★ Е

Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1986
© Издательство стандартов, 1994
Переиздание с изменениями

Таблица 1

Наименование показателя	Норма для марки	
	НС-0 ОКП 17 3243 0100	НС 1 ОКП 17 3243 0200
1. Внешний вид	Кристаллы различной величины без механических примесей	
2 Массовая доля нерастворимого остатка, %, не более	0,03	0,04
3 Массовая доля никеля и кобальта в сумме, %, не менее	20,9	20,9
4 Массовая доля примесей, %, не более		
кобальт	0,1	0,2
свинец	0,001	0,001
цинк	0,001	Не нормируется
железо	0,001	0,002
медь	0,001	0,002
кальций	0,08	0,1
магний	0,03	0,02
хлориды	0,01	0,1

Примечания.

1 В сернокислом никеле марки НС-0, предназначенном для производства химических реактивов, массовая доля кальция, магния, натрия и калия в сумме не должна превышать 0,25 %, для остальных производств — 0,30 %.

2 В сернокислом никеле марки НС-1, предназначенном для аккумуляторной промышленности и для никелирования, массовая доля цинка не должна превышать 0,004 %

3 В продукте, предназначенном для экспорта, массовая доля никеля и кобальта в сумме должна быть не менее 22,0 %.

4. В сернокислом никеле, предназначенном для жировой и парфюмерной промышленности, должно проводиться определение присутствия мышьяка

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

1.4. В сернокислом никеле, предназначенном для жировой и парфюмерной промышленности, должно проводиться определение мышьяка, как указано в п. 4.10.

2. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2.1. Технический сернокислый никель является кристаллическим веществом. При попадании в организм человека оказывает канцерогенное и общетоксическое действие.

2.2. При растворении сернокислого никеля в воде образовывается гидроаэрозоль, который по степени воздействия на организм

человека относится к веществам 1-го класса опасности по ГОСТ 12.1.007—76.

Предельно допустимая концентрация гидроаэрозоля сернокислого никеля в пересчете на никель в воздухе рабочей зоны производственных помещений — 0,005 мг/м³ по ГОСТ 12 1.005—88.

Предельно допустимая концентрация никеля в воде водоемов санитарно-бытового пользования — 0,1 мг/дм³ по нормам, утвержденным Министерством здравоохранения СССР.

2 3. Технический сернокислый никель негорюч, пожаро- и взрывобезопасен

2.4. При работе с сернокислым никелем должны соблюдаться общие требования безопасности по ГОСТ 12.1 005—88.

2 5. Работающие с сернокислым никелем должны быть обеспечены спецодеждой, коллективными и индивидуальными средствами защиты в соответствии с типовыми отраслевыми нормами бесплатной выдачи спецодежды, спецобуви и предохранительных приспособлений рабочим и служащим, утвержденными Госкомтрудом

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.6 В целях коллективной защиты должна быть предусмотрена герметизация оборудования.

Производственные и лабораторные помещения, в которых проводится работа с сернокислым никелем, должны быть оснащены приточно-вытяжной вентиляцией по ГОСТ 12 4.021—75, обеспечивающей состояние воздушной среды в соответствии с ГОСТ 12.1.005—76

Контроль за состоянием воздушной среды проводят по ГОСТ 12.1.007—76 и в сроки, утвержденные в установленном порядке

2 7. Погрузка и разгрузка сернокислого никеля — по ГОСТ 12 3 009—76.

3. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

3.1. Технический сернокислый никель принимают партиями. Партией считают продукт одной марки, однородный по своим качественным показателям в количестве не более 20 т, одновременно отправляемый в один адрес и сопровождаемый одним документом о качестве

3.2. Документ о качестве должен содержать:

наименование и товарный знак предприятия-изготовителя;

наименование марку продукции;

номер партии;

массу партии нетто и брутто;

дату изготовления;

количество мест в партии;

результаты анализов или подтверждение соответствия качества продукта требованиям настоящего стандарта;

обозначение настоящего стандарта;

класс опасности 9, подкласс 915, классификационный шифр 9153 по ГОСТ 19433—88.

3.1, 3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3.3.—3.5 **(Исключены, Изм. № 2).**

3а. ОТБОР И ПОДГОТОВКА ПРОБ

3а.1. Для проверки соответствия качества сернокислого никеля требованиям настоящего стандарта отбирают количество упаковочных единиц в соответствии табл. 2.

Таблица 2

Количество упаковочных единиц в партии, шт.	Количество упаковочных единиц, из которых должны быть отобраны точечные пробы, шт.
От 1 до 5 включ.	Все
Св. 5 » 15 »	5
» 15 » 35 »	7
» 35 » 60 »	8
» 60 » 99 »	9
» 99 » 149 »	10
» 149 » 199 »	11
» 199 » 299 »	12

Примечание. От каждых последующих 100 упаковочных единиц в партии отбирают одну упаковочную единицу.

3а.2. Точечные пробы отбирают щупом, погружая его на 3/4 глубины мешка из контейнеров по методу конверта.

3а.3. Точечные пробы объединяют, тщательно перемешивают. Полученную объединенную пробу сокращают методом квартования или с помощью механических сократителей до готовой пробы массой не менее 4 кг.

Объединенная проба должна составлять не менее 0,1 % от массы партии.

3а.4. Готовую пробу делят на две равные части, каждую из которых помещают в чистую, сухую, плотно закрывающуюся банку или полиэтиленовый мешочек. Одна часть пробы предназначена для анализа продукции, другая — для анализа при разногласиях в оценке ее качества.

Каждую банку или полиэтиленовый мешочек снабжают этикеткой, на которой указывают

наименование предприятия-изготовителя,

наименование и марку продукта,

номер партии,

дату отбора пробы

За 5 При получении неудовлетворительных результатов анализа хотя бы по одному из показаний проводят повторный анализ по удвоенной выборке, взятой от той же партии Результаты повторных анализов распространяются на всю партию

Разд 3а **(Введен дополнительно, Изм. № 2).**

4. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

4 1—4 1 3 **(Исключены, Изм. № 2).**

4 2 Общие требования

4 2 1 Общие требования к методам анализа по ГОСТ 27025—86, ГОСТ 10671 0—74, ГОСТ 25086—87

4 2 2 За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух (при определении нерастворимого остатка трех) параллельных определений по двум (трем) независимым навескам анализируемой пробы Результат округляют до последнего знака, указанного для основного компонента и примесей в табл 1

4 2 3 При разногласиях в оценке качества продукции массовую долю магния определяют атомно абсорбционным методом, массовую долю хлоридов визуально-нефелометрическим методом

4 2 1—4 2 3 **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

4 3 Определение внешнего вида

Внешний вид сернокислого никеля определяют визуально

4 4 Определение массовой доли нерастворимого остатка

Метод основан на растворении сернокислого никеля в воде, подкисленной серной кислотой, и взвешивании нерастворившегося остатка

4 4 1 *Аппаратура, реактивы и растворы*

Тигли ТФ-ПОР-40 или ТФ-ПОР-16 по ГОСТ 25336—82

Колба для фильтрования под вакуумом по ГОСТ 25336—82

Эксикатор по ГОСТ 25336—82

Насос водоструйный по ГОСТ 25336—82 или другое приспособление для фильтрования под вакуумом

Шкаф сушильный с терморегулятором, обеспечивающий режим сушки

Бумага универсальная индикаторная.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, раствор 1:1.

Вода дистиллированная, подкисленная серной кислотой (1:1) до pH 4—5.

4.4.2. *Проведение анализа*

100,00 г анализируемой пробы сернокислого никеля помещают в стакан вместимостью 500—600 см³ и растворяют в 200 см³ дистиллированной воды, подкисленной до pH 4—5. Накрывают стакан часовым стеклом, нагревают в течение 1 ч на кипящей водяной бане и фильтруют через тигли, предварительно высушенные при температуре 105—110 °С до постоянной массы и взвешенные. Остаток на фильтре промывают 100—150 см³ горячей дистиллированной воды. Тигель с остатком высушивают до постоянной массы при температуре 105—110 °С.

4.4.3 *Обработка результатов*

Массовую долю нерастворимого остатка ($X_{н\,о}$) в процентах вычисляют по формуле

$$X_{н\,о} = \frac{(m_2 - m_1) \cdot 100}{m},$$

где m_2 — масса тигля с остатком, г;

m_1 — масса тигля, г;

m — масса навески сернокислого никеля, г.

Допускаемые расхождения результатов трех параллельных определений (d) и двух повторных результатов анализа (D) при доверительной вероятности 0,95 не должны превышать значений, указанных в табл. 3.

Таблица 3

Массовая доля нерастворимого остатка, %	Допускаемые расхождения, %	
	d	D
От 0,020 до 0,030 включ.	0,008	0,010
Св 0,030 » 0,040 »	0,010	0,012
» 0,040 » 0,050 »	0,012	0,016

4.4.1—4.4.3 **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

4.5. Определение массовой доли никеля и кобальта в сумме

4.5.1. Массовую долю никеля и кобальта в сумме определяют электрогравиметрическим методом по ГОСТ 13047.1—81 со следующими изменениями. Навеску сернокислого никеля массой 5,0000 г растворяют при слабом нагревании в 50 см³ дистиллиро-

ванной воды, подкисленной серной кислотой и фильтруют через пористый тигель в стакан вместимостью 400 см³. Тигель промывают 4—5 раз горячей водой и объединяют промывной раствор с основным фильтратом. Полученный раствор разбавляют водой до объема 150—200 см³, прибавляют 3 г сернокислого аммония, аммиак до перехода всего никеля в растворимый аммиачный комплекс и 10 см³ в избыток.

Далее определение проводят по ГОСТ 13047.1—81.

4.5.2. *Обработка результатов*

Массовую долю никеля и кобальта в сумме (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(m_1 - m_2 - m_3) \cdot 100}{m} + \frac{m_4 \cdot V \cdot 100}{m \cdot V_1} - X_2,$$

где m_1 — масса катода с осадком никеля, кобальта, цинка, платины, г;

m_2 — масса катода, г;

m_3 — потеря массы анода, г;

m_4 — масса никеля в объединенном растворе, найденная по градуировочному графику, г;

V — объем объединенного раствора, см³;

V_1 — объем аликвотной части объединенного раствора, см³;

m — масса навески сернокислого никеля, г;

X_2 — массовая доля цинка, %, найденная, как указано в п. 4.7.

Допускаемые расхождения результатов трех параллельных определений (d) и двух повторных результатов анализа (D) при доверительной вероятности 0,95 не должны превышать соответственно значений 0,30 и 0,40%.

4.5.3. *Контроль правильности результатов анализа*

При определении массовой доли никеля и кобальта в сумме контроль правильности результатов анализа осуществляют по смеси веществ.

Для приготовления смеси веществ используют никель марки Н-0 по ГОСТ 849—70 и кобальт марки КО по ГОСТ 123—78.

Смесь приготовляют смешением расчетных количеств растворов никеля и кобальта. 49,5000 г никеля растворяют в 150—200 см³ раствора азотной кислоты. После удаления кипячением оксидов азота раствор охлаждают и переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³.

5,0000 г кобальта растворяют в 50 см³ раствора азотной кислоты, раствор кипятят до удаления оксидов азота, переводят в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают до метки водой и отбирают аликвотную часть 25 см³, которую переносят в колбу с

раствором никеля. Объединенные растворы перемешивают и доводят объем раствора до метки водой.

20 см^3 приготовленного раствора смеси, содержащей 990 мг никеля и 10 мг кобальта, помещают в стакан вместимостью 400 см^3, приливают 20 см^3 раствора серной кислоты и проводят анализ в соответствии с ГОСТ 13047.1—81 параллельно с анализом проб.

Массовую долю никеля и кобальта в сумме вычисляют, как указано в п. 4.5.2, принимая m равным 1 г.

За массовую долю никеля и кобальта в сумме в смеси веществ принимают среднее арифметическое результатов трех параллельных определений.

Результаты анализа считают правильными, если массовая доля никеля и кобальта в сумме отличается от расчетного значения не более чем на величину допускаемых расхождений, указанных для метода анализа.

4.5.2, 4.5.3 **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

4.6. Определение массовых долей кобальта, свинца, железа, меди, кальция и магния

Определение массовых долей кобальта, свинца, железа, меди, кальция и магния проводят одновременно спектральным методом, применяя для испарения пробы и возбуждения спектра дугу постоянного тока между угольными электродами.

Градуировочные зависимости между интенсивностями спектральных линий и массовыми долями определяемых элементов находят с помощью синтетических стандартных образцов, которые готовят на основе чистого никеля.

Навески проб и стандартных образцов для уравнивания состава и стабилизации условий испарения и возбуждения разбавляют буферной смесью, состоящей из графитового порошка, содержащего хлористый натрий.

4.6.1. *Аппаратура, материалы и реактивы*

Весы лабораторные типа ВЛР-200 по ГОСТ 24104—88 или аналогичного типа.

Спектрограф или фотоэлектрическая установка (квантометр) для ультрафиолетовой области любого типа.

Генератор УГЭ-4 или источник постоянного тока с устройством для высокочастотного поджига, обеспечивающий напряжение не менее 200 В и ток 8—10 А.

Микрофотометр нерегистрирующий.

Печь муфельная любого типа, позволяющая получать и поддерживать температуру до 1000 °С.

Шкаф сушильный лабораторный электрический с терморегулятором, обеспечивающий режим сушки.

Станок для заточки графитовых электродов.

Ступка яшмовая или агатовая.

Чашки выпарительные из кварцевого стекла по ГОСТ 19908—80 или фарфоровые № 2 или № 3 по ГОСТ 9147—80.

Аппарат для бидистилляции воды любого типа.

Колпаки стеклянные или из органического стекла для защиты от пыли приготовленных к анализу проб и электродов.

Угли спектральные марок ОСЧ-7-3 или С-2, или С-3.

Графит порошковый особой чистоты по ГОСТ 23463—79.

Фотопластинки «спектрографические» типа ЭС или П чувствительностью 5—15 ед.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77.

Натрия тиосульфат кристаллический по ГОСТ 244—76.

Натрий сернистокислый по ГОСТ 195—77.

Кислота уксусная по ГОСТ 61—75.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300—87 или ГОСТ 5962—67.

Вода дистиллированная.

Вода бидистиллированная.

Стандартные образцы для получения градуировочных зависимостей. Методика приготовления стандартных образцов приведена в справочном приложении.

Проявитель по ГОСТ 10691.1—84.

Фиксаж готовят следующим образом: 300 г тиосульфата натрия, 25 г сернистокислого натрия, 8 $см^3$ уксусной кислоты последовательно растворяют в 700—800 $см^3$ дистиллированной воды и доводят объем раствора дистиллированной водой до 1 $дм^3$.

4.6.2. *Приготовление буферной смеси*

Буферную смесь готовят следующим образом. 5,00 г хлористого натрия растворяют в 100 $см^3$ бидистиллированной воды. В выпарительную чашку помещают 25 г порошкового графита и вливают 10 $см^3$ приготовленного раствора, равномерно смачивая порошок. Влажную массу перемешивают, высушивают в сушильном шкафу и растирают в ступке в течение 10—15 мин.

4.6.3. *Подготовка пробы к анализу*

3—4 г пробы сернокислого никеля помещают в кварцевую или фарфоровую чашку и высушивают при температуре 100—150 °С. Чашку с сухими солями помещают в муфельную печь, прокаливают при температуре 900—950 °С не менее 1 ч.

Образующийся оксид никеля растирают в ступке, отбирают две навески по 0,500 г, перемешивают каждую из них с 0,500 г буферной смеси и тщательно растирают в ступке в течение 15 мин. Таким же образом подготавливают к анализу стандартные образцы.

4.6.4. *Проведение анализа*

Перемешанные с буферной смесью пробы и стандартные образцы набивают в угольные электроды с кратером диаметром 2,5 мм, глубиной 2—3 мм, толщиной стенок 0,8—1,0 мм.

Каждую навеску пробы и стандартного образца набивают в три электрода и сжигают в дуге постоянного тока. Противоэлектрод затачивают на усеченный конус.

Электрод с пробой служит анодом, а противоэлектрод — катодом дуги. Сила тока дуги 8—9 А. Время экспозиции определяется полным испарением пробы и составляет 1—1,5 мин. Дуговой промежуток —2—2,5 мм.

При фотографическом варианте щель освещают трехлинзовым конденсором через трехступенчатый ослабитель. Ширина щели — 0,012 мм.

На полученных спектрограммах фотометрируют аналитические линии определяемых элементов и линию никеля в качестве внутреннего стандарта. Длины волн рекомендуемых аналитических линий и массовые доли определяемых элементов приведены в табл. 4.

Таблица 4

Определяемый элемент	Массовая доля % к никелю	Длина волны аналитической линии, нм
Кобальт	0,1—0,5	307,2; 303,2
Свинец	0,0005—0,005	283,3
Железо	0,002—0,005 0,005—0,02	296,7, 302,0, 271,9 295,4
Медь	0,001—0,01 0,01—0,02	324,7, 327,3 296,1; 282,4, 249,2
Кальций	0,05—0,3 0,3—1,0	317,9 318,1
Магний	0,03—0,4	277,9
Никель	Элемент сравнения	287,6

Для фотометрирования выбирают такие ступени спектра, в которых плотности линий находятся в области нормальных почернений. Находят разность почернений ΔS аналитической линии приме-

си и линии сравнения для каждого из трех спектров навески пробы и стандартного образца и усредняют, получая $\Delta S_{ср}$. По значениям $\Delta S_{ср}$ для стандартных образцов строят градуировочные графики для каждого определяемого элемента в координатах ΔS—lg C, где C — массовая доля определяемого элемента в процентах к никелю.

По значениям $\Delta S_{ср}$ для анализируемых проб находят массовые доли определяемых элементов по соответствующим градуировочным графикам.

При фотоэлектрическом варианте ширина входной щели фотоэлектрической установки составляет 0,02—0,03 мм. Аналитические линии (см. табл. 4) выбирают в зависимости от массовых долей элементов в пробах и возможности размещения выходных щелей на каретках квантометра.

Допускается использование других аналитических линий при условии, что они обеспечивают точность и чувствительность, отвечающие требованиям настоящего стандарта.

В соответствии с программой фотоэлектрической установки фиксируют значения уровней сигналов аналитических линий и линии никеля, выбранной в качестве линии сравнения. Измерение сигналов аналитических линий стандартных образцов проводят вместе с измерениями сигналов аналитических линий анализируемых проб.

Полученные значения сигналов аналитических линий определяемых элементов (n) трех параллельных измерений усредняют, получая среднее показание ($n_{ср}$) для каждого стандартного образца и пробы. По усредненным значениям $n_{ср}$ для стандартных образцов строят градуировочные графики в координатах n—C или lg n—lg C. По значениям $n_{ср}$ для анализируемых проб находят массовые доли определяемых элементов.

4.6.5. *Обработка результатов*

Массовую долю определяемого элемента в сернокислом никеле (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{C \cdot X_1}{100},$$

где C — массовая доля определяемого элемента по отношению к никелю, %, найденная, как указано в п. 4.6.4;

X_1 — массовая доля никеля и кобальта в сумме, %, найденная, как указано в п. 4.5.

Допускаемые расхождения результатов двух параллельных определений (d) и двух повторных результатов анализа (D) при доверительной вероятности 0,95 не должны превышать значений, указанных в табл. 5.

Таблица 5

Определяемый элемент	Массовая доля, %	Допускаемые расхождения, %	
		d	D
Кобальт	От 0,05 до 0,10 включ.	0,02	0,04
	Св 0,10 » 0,20 »	0,04	0,08
Свинец	От 0,0005 до 0,0010 »	0,0002	0,0004
Железо	От 0,0005 до 0,0010 »	0,0002	0,0004
	Св. 0,0010 » 0,0020 »	0,0006	0,0012
	» 0,0020 » 0,0030 »	0,0008	0,0016
Медь	От 0,0005 до 0,0010 »	0,0002	0,0004
	Св 0,0010 » 0,0020 »	0,0006	0,0012
	» 0,0020 » 0,0030 »	0,0008	0,0016
Кальций	От 0,05 до 0,10 »	0,02	0,04
	Св 0,10 » 0,20 »	0,06	0,12
Магний	От 0,010 до 0,020 »	0,006	0,012
	Св 0,020 » 0,030 »	0,008	0,016

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.7. Определение массовых долей цинка и магния

Массовую долю цинка и магния определяют совместно методом атомной абсорбции. Метод основан на измерении величины атомного поглощения цинка и магния в пламени ацетилен — воздух при длинах волн 213,8 и 285,2 нм соответственно после растворения сернокислого никеля в соляной кислоте.

4.7.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Весы технические.

Весы лабораторные типа ВЛР-200 по ГОСТ 24104—88 или аналогичного типа.

Спектрофотометр атомно-абсорбционный со всеми принадлежностями.

Источники излучения для цинка и магния.

Ацетилен растворенный технический по ГОСТ 5457—75.

Воздух по ГОСТ 17433—80, класс загрязненности 3.

Кислота соляная, х. ч., по ГОСТ 14261—77, раствор, разбавленный в соотношении 1:1, раствор концентрации c (HCl) = =2 моль/дм^3 и раствор с массовой долей соляной кислоты 1 %.

Кислота серная, х. ч., по ГОСТ 14262—78.

Никель сернокислый по ГОСТ 4465—74.

Никель марки Н-0 по ГОСТ 849—70.

Цинк по ГОСТ 3640—79.

Магний первичный в чушках по ГОСТ 804—72.

Вода дистиллированная.

Раствор сернокислого никеля, 0,1 г/дм^3.

Для приготовления раствора 100,00 г сернокислого никеля растворяют в 500 см^3 раствора соляной кислоты с массовой долей 1 %. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, доливают до метки раствором соляной кислоты с массовой долей 1 %, перемешивают.

Для приготовления раствора сернокислого никеля допускается использовать никель марки Н-0. 21,0000 г никеля растворяют в 100 см^3 раствора соляной кислоты 1:1 и добавляют 20 см^3 серной кислоты. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, добавляют до метки дистиллированную воду, перемешивают. 1 дм^3 раствора содержит 100 мг сернокислого никеля.

Стандартные растворы цинка

Раствор А

1,0000 г цинка растворяют в 100 см^3 раствора соляной кислоты 1:1. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают до метки водой, перемешивают. 1 см^3 раствора А содержит 1,0 мг цинка.

Раствор Б

25 см^3 раствора А отбирают в мерную колбу вместимостью 250 см^3, доливают до метки раствором соляной кислоты с массовой долей 1 % и перемешивают. 1 см^3 раствора Б содержит 0,1 мг цинка.

Раствор В

25 см^3 раствора Б отбирают в мерную колбу вместимостью 250 см^3, доливают до метки раствором соляной кислоты с массовой долей 1 % и перемешивают. 1 см^3 раствора В содержит 0,01 мг цинка.

Стандартные растворы магния

Раствор А

1,0000 г магния растворяют в 100 см^3 раствора соляной кислоты 1:1. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают до метки водой, перемешивают. 1 см^3 раствора А содержит 1,0 мг магния.

Раствор Б

25 см^3 раствора А отбирают в мерную колбу вместимостью 250 см^3, доливают до метки раствором соляной кислоты с массовой долей 1 % и перемешивают. 1 см^3 раствора Б содержит 0,1 мг магния.

Раствор В

25 см^3 раствора Б отбирают в мерную колбу вместимостью 250 см^3, доливают до метки раствором соляной кислоты с массовой

долей 1 % и перемешивают. 1 см³ раствора В содержит 0,01 мг магния.

Условия и срок хранения стандартных растворов — по ГОСТ 4212—76.

4.7.2. *Проведение анализа*

Две навески исследуемой пробы сернокислого никеля массой по 2.0000 г при определении магния и массой по 10,0000 г при определении цинка помещают в стаканы вместимостью 100 см³, добавляют 10 см³ соляной кислоты концентрации 2 моль/дм³, переводят в мерные колбы вместимостью 100 см³, доводят до метки раствором соляной кислоты с массовой долей 1 % и перемешивают.

Одновременно проводят контрольный опыт, раствор для которого приготовляют в мерной колбе вместимостью 100 см³ разбавлением 10 см³ соляной кислоты концентрации 2 моль/дм³ раствором соляной кислоты с массовой долей 1 %.

Атомную абсорбцию цинка и магния измеряют в анализируемом растворе в пламени ацетилен — воздух при длинах волн 213,8 нм и 285 нм с соответствующими источниками излучения параллельно с измерениями в растворах для построения градуировочного графика и растворах контрольного опыта.

Для определения концентраций цинка и магния допускается использовать метод добавок.

Концентрации цинка и магния находят по градуировочным графикам.

4.7.1, 4.7.2 **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

4.7.3. *Построение градуировочных графиков*

В пять из шести мерных колб вместимостью 100 см³ приливают следующие объемы стандартных растворов:

для цинка в первые три колбы последовательно 2,5; 5,0 и 7,5 см³ стандартного раствора В, а в остальные две — 1,0 и 1,5 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,025; 0,050; 0,075; 0,1 и 0,15 мг цинка;

для магния в первые две колбы — 2,5 и 5,0 см³ раствора В, а в остальные три последовательно 1,0; 2,5 и 5,0 раствора Б, что соответствует 0,025; 0,050; 0,10; 0,25 и 0,5 мг магния.

В шестую колбу стандартный раствор не вводят.

Во все колбы добавляют по 20 см³ раствора сернокислого никеля. Колбы доливают до метки раствором соляной кислоты с массовой долей 1 % и перемешивают.

Сернокислый никель, используемый для приготовления рабочих стандартных растворов, должен быть проверен на содержание цинка и магния по методу добавок. В случае загрязнения серно-

кислого никеля указанными примесями их концентрация должна быть учтена при построении градуировочного графика.

По полученным значениям атомного поглощения и соответствующим концентрациям цинка и магния строят градуировочные графики.

4.7.4. *Обработка результатов*

Массовую долю элемента (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(c_1 - c_2)\ V}{m} \cdot 100,$$

где c_1 — концентрация определяемого элемента в анализируемом растворе, найденная по градуировочному графику, г/см³;

c_2 — концентрация элемента в растворе контрольного опыта, найденная по градуировочному графику, г/см³;

V — объем конечного анализируемого раствора, см³;

m — масса навески сернокислого никеля, г.

Допускаемые расхождения результатов двух параллельных определений (d) и двух повторных результатов анализа (D) при доверительной вероятности 0,95 должны превышать значений, указанных в табл. 6

Таблица 6

Определяемый элемент	Массовая доля %	Допускаемые расхождения, %	
		d	D
Цинк	От 0,0010 до 0,0030 включ.	0,0006	0,0009
	Св 0,0030 » 0,0050 »	0,0008	0,0014
Магний	От 0,005 до 0,010 »	0,002	0,003
	Св 0,010 » 0,030 »	0,004	0,006

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.8. Определение массовой доли хлоридов

4.8.1. Присутствие хлоридов определяют визуально-нефелометрическим методом по ГОСТ 10671.7—74 со следующими дополнениями.

4.8.2. *Реактивы и растворы*

Раствор сернокислого никеля, не содержащий хлоридов (хлорионов), готовят следующим образом. Навеску сернокислого никеля массой 0,50 г растворяют в 300 см³ воды, прибавляют 20 см³ раствора азотной кислоты и 10 см³ раствора азотнокислого серебра. По истечении 16—18 ч раствор фильтруют через промытый го-

рячей водой фильтр. Для приготовления каждого раствора сравнения, содержащего известное количество хлорид-иона, бюреткой отмеривают 33 см³ полученного фильтрата, что соответствует навеске сернокислого никеля массой 0,05 г.

Основной раствор хлоридов готовят по ГОСТ 4212—76. 1 см³ раствора содержит 1 мг хлорид-ионов.

Раствор А. Готовят непосредственно перед применением разбавлением водой основного раствора. 1 см³ раствора А содержит 0,01 мг хлорид-ионов.

Раствор Б. Готовят непосредственно перед применением разбавлением водой раствора А. 1 см³ раствора Б содержит 0,001 мг хлорид-ионов.

4.8.3. *Проведение анализа*

Навеску сернокислого никеля массой 1,25 г растворяют в 100 см³ воды. Раствор фильтруют через предварительно промытый горячей водой бумажный фильтр в мерную колбу вместимостью 500 см³. Фильтр промывают водой и доводят объем раствора в колбе до метки.

В цилиндр для визуального нефелометрирования отбирают аликвотную часть раствора 20 см³, прибавляют 2 см³ азотной кислоты, 1 см³ раствора азотнокислого серебра, 20 см³ воды и перемешивают.

Одновременно с анализируемым раствором готовят раствор сравнения. Для этого в цилиндр для нефелометрирования помещают 33 см³ раствора сернокислого никеля, не содержащего хлоридов, 5 см³ раствора Б для марки НС-0, что соответствует 0,005 мг хлорид-ионов, и доводят объем водой до метки.

Продукт считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая через 20 мин опалесценция анализируемого раствора не будет интенсивнее опалесценции раствора сравнения с содержанием хлорид-ионов 0,005 мг для марки НС-0 и 0,05 мг для марки НС-1.

4.9. Определение массовых долей калия и натрия

Калий и натрий определяют методом пламенной фотометрии. Метод основан на измерении излучения элементов в пламени ацетилен — воздух или пропан—воздух при длинах волн 766,4 нм и 588,9 нм соответственно.

4.9.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Пламенный фотометр любого типа.

Ацетилен растворенный технический по ГОСТ 5457—75.

Воздух по ГОСТ 17433—80, класс загрязненности 3.

Никель сернокислый, х. ч., по ГОСТ 4465—74.

Калий хлористый, х. ч., по ГОСТ 4234—77.

Натрий хлористый, х. ч., по ГОСТ 4233—77.

Растворы, содержащие натрий и калий, готовят в соответствии с ГОСТ 4212—76: соответствующим разбавлением этих растворов готовят стандартный расвор, 1 см³ которого содержит по 0,2 мг калия и натрия

4.9.2. *Проведение анализа*

Навеску никеля сернокислого массой 2,0000 г помещают в стакан вместимостью 250 см³, растворяют в воде, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доливают до метки водой. Затем фотометрируют исследуемые растворы и растворы для построения градуировочного графика

4 9.1, 4 9.2 **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

4.9.2а. *Построение градуировочного графика*

В пять из шести мерных колб вместимостью 100 см³ приливают следующие объемы стандартного раствора: 1,0; 5,0; 10; 20; 30 см³, что соответствует 0,2; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0 мг натрия и калия. В шестую колбу стандартный раствор не вводят. Во все колбы добавляют по 20 см³ раствора сернокислого никеля, доводят до метки водой и перемешивают.

Сернокислый никель, используемый для приготовления рабочих стандартных растворов, проверяют на содержание калия и натрия по методу добавок В случае загрязнения сенокислого никеля указанными примесями их концентрации учитывают при построении градуировочного графика

По полученным данным фотометрирования градуировочных растворов и соответствующим их массовым долям натрия и калия строят градуировочный график.

Массовые доли натрия и калия определяют по градуировочному графику.

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

4 9.3. Допускаемые расхождения результатов двух параллельных определений (d) и двух повторных результатов анализа (D) при доверительной вероятности 0,95 не должны превышать значений, указанных в табл. 8.

Таблица 8*

Определяемый элемент	Массовая доля, %	Допускаемые расхождения %	
		d	D
Натрий	От 0,010 до 0,030 включ	0,002	0,005
Калий	От 0,03 до 0,10 »	0,01	0,02
	Св. 0,10 » 0,30 »	0,03	0,05

* Таблица 7 **(Исключена, Изм. № 2).**

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.10. Определение массовой доли мышьяка

4.10.1. Присутствие мышьяка определяют арсиновым методом по ГОСТ 10485—75 после предварительного отделения его соосаждением с гидроксидом железа с дополнениями.

4.10.1.1. *Реактивы и растворы*

Железо треххлористое 6-водное по ГОСТ 4147—74 и раствор треххлористого железа 60 г/дм^3.

Аммоний сернокислый по ГОСТ 3769—78 и раствор сернокислого аммония 20 г/дм^3.

4.10.1, 4.10.1.1. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

4.10.1.2. *Проведение анализа*

25,00 г анализируемого сернокислого никеля растворяют в 100 см^3 воды, прибавляют 10 см^3 раствора хлорного железа, 10 г сернокислого аммония, нагревают раствор до температуры 60—70 °С и приливают аммиак до перехода никеля в аммиачный комплекс. Раствор с осадком выдерживают на кипящей водяной бане в течение 30—40 мин, фильтруют через фильтр средней плотности и промывают 1—2 раза горячим раствором сернокислого аммония. Осадок растворяют на фильтре раствором с массовой долей соляной кислоты 25 % и полученный раствор переводят в коническую колбу прибора. Добавляют еще 10 см^3 раствора соляной кислоты, разбавляют дистиллированной водой до 50 см^3, прибавляют 1 см^3 раствора двухлористого олова и 5 г гранулированного цинка. Далее определение проводят по ГОСТ 10485—75.

Для проверки чистоты применяемых реактивов на мышьяк одновременно проводят контрольный опыт.

4.10.2. *Обработка результатов*

Продукт считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если окраска индикаторной бумажки осталась без изменений.

4.11. Допускается проводить анализы другими методами, обеспечивающими точность определений в пределах, установленных стандартом.

При разногласиях в оценке анализа используют методы, установленные в настоящем стандарте.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

5 УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

5.1. Технический сернокислый никель марки НС-0 упаковывают в трех—шестислойные бумажные мешки марки НМ по ГОСТ 2226—75 с внутренним полиэтиленовым мешком по ГОСТ 17811—78 из пленки толщиной (0,220±0,030) мм. Допускается

применение бумажных мешков марок ВМ, ПМ и ВМП по ГОСТ 2226—75 с внутренним полиэтиленовым мешком по ГОСТ 17811—78 из пленки толщиной (0,220±0,030) мм.

Технический сернокислый никель марки НС-1 упаковывают в специализированные контейнеры типа СК-1-3,4, или СК-2-3,2 (5,0), или СК-3-1,5 (КШМК-5М), или МКР-1,0С по нормативно-технической документации или трех — шестислойные бумажные мешки марки НМ по ГОСТ 2226—75 с внутренним полиэтиленовым мешком по ГОСТ 17811—78 из пленки толщиной (0,220±0,030) мм. Допускается применение бумажных мешков марок ВМ, ПМ и ВМП по ГОСТ 2226—75 с внутренним полиэтиленовым мешком по ГОСТ 17811—78 из пленки толщиной (0,220±0,030) мм.

Горловину полиэтиленовых мешков заваривают, бумажных — прошивают машинным способом. Допускается прошивать горловины бумажных и полиэтиленовых мешков вместе. Масса нетто трехслойного мешка не должна превышать 30 кг, четырехслойного — 40 кг, пяти-, шестислойного — 50 кг Допускается масса нетто четырехслойного мешка 50 кг.

Мешки с техническим сернокислым никелем формируют в пакеты по правилам, действующим на данном виде транспорта по ГОСТ 24597—81 на плоских деревянных поддонах по ГОСТ 9557—87 или ГОСТ 26381—84. Пакеты должны быть скреплены стальной упаковочной лентой по ГОСТ 3560—73 или другим средством скрепления грузов, обеспечивающим соблюдение требований ГОСТ 21650—76.

Металлическая поверхность контейнера, соприкасающаяся с продуктом, должна быть окрашена системой покрытия по нормативно-технической документации. Нижнюю часть контейнера типа СК-3-1,5 (КШМК-5М) на высоту 40 см выкладывают изнутри полиэтиленовой пленкой по ГОСТ 10354—82 или бельтингом повторного использования или лавсановой тканью ТЛФ-5 повторного использования По согласованию с потребителем допускается использование материала подобного типа.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

5.2. Транспортная маркировка — по ГОСТ 14192—77 с указанием классификационного шифра 923 на знаке опасности по ГОСТ 19433—81.

На каждое грузовое место с техническим сернокислым никелем, упакованным в бумажные мешки, должен быть нанесен манипуляционный знак «Боится сырости» по ГОСТ 14192—77.

Маркировка, характеризующая продукт, должна содержать:

наименование, марку и сорт продукта;

номер партии;

дату изготовления;

обозначение настоящего стандарта

5 3 Технический сернокислый никель транспортируют железнодорожным и автомобильным транспортом в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими на транспорте данного вида и условиями погрузки и крепления грузов, утвержденными Министерством путей сообщения СССР

Продукт, упакованный в мешки, транспортируют в крытых транспортных средствах, по железной дороге — только в прямом железнодорожном сообщении повагонными отправками

Технический сернокислый никель, упакованный в контейнеры, транспортируют на открытом подвижном составе, в контейнерах типа МКР-1,0С — без перегрузок в пути следования

5 4 Технический сернокислый никель хранят в закрытом складском помещении Допускается хранение продукта в специализированных контейнерах на открытых площадках

6 ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

6 1 Изготовитель гарантирует соответствие качества технического сернокислого никеля требованиям настоящего стандарта при соблюдении потребителем условий хранения

6 2 Гарантийный срок хранения — 24 мес со дня изготовления **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

ПРИЛОЖЕНИЕ
Справочное

ПРИГОТОВЛЕНИЕ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ ДЛЯ СПЕКТРАЛЬНОГО АНАЛИЗА

Для спектрального анализа сернокислого никеля допускается использовать аттестованные в установленном порядке стандартные образцы любой категории.

Стандартные образцы представляют собой порошки оксида никеля с введенными расчетными добавками определяемых элементов, полученные при термическом разложении солей Допускается приготовление стандартных образцов смешением оксидов основного компонента и примесей

1 *Аппаратура, материалы и реактивы*

Печь муфельная любого типа, позволяющая получать и поддерживать температуру до 1000 °С

Аппарат для бидистилляции воды любого типа

Ступка агатовая или яшмовая

Чаши выпарительные из кварцевого стекла по ГОСТ 19908—80 или фарфоровые по ГОСТ 9147— 80

Колбы и стаканы из кварцевого стекла по ГОСТ 19908— 80 или из химически и термически стойкого стекла по ГОСТ 23932—79

Вода бидистиллированная

Кислота азотная особой чистоты по ГОСТ 11125—84 или ч д а по ГОСТ 4461—77, перегнанная в кварцевом аппарате, раствор 1:1

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300—72 или ГОСТ 5962—67

Никель марки Н-0 по ГОСТ 849—70 или порошок никелевый марки ПНК-0 по ГОСТ 9722—79

Кобальт марки КО по ГОСТ 123—78

Железо металлическое восстановленное по нормативно-технической документации

Магний марки МГП 1 по нормативно-технической документации

Катоды медные марки МООК по ГОСТ 546—79

Свинец марки СОО по ГОСТ 3778—77.

Кальций углекислый по ГОСТ 4530—76.

Допускается использовать вместо металлов химические реактивы

2. *Приготовление стандартных образцов*

Для каждого стандартного образца навеску никеля или никелевого порошка массой 10,0000 г растворяют при нагревании в азотной кислоте, разбавленной 1 1

В полученный раствор добавляют расчетные объемы титрованных азотнокислых растворов определяемых примесей Рекомендуемый состав стандартных образцов в расчете на металлический никель для определения примесей вблизи границ марки приведен в табл 9, а количества вводимых примесей в миллиграммах в пересчете на 10 г никеля — в табл 10

Растворы никеля с введенными примесями упаривают в кварцевых или фарфоровых чашках до сухих солей и прокаливают в муфельной печи при температуре 850 °С до полного разложения солей и удаления окислов азота Образующиеся при этом порошки смеси оксидов после измельчения и усреднения служат стандартными образцами

Допускается изменение массы и состава стандартных образцов с соответствующим изменением вводимых примесей, при этом их количество должно быть не менее трех

Стандартные образцы хранят в стеклянных или полиэтиленовых банках с плотно закрывающейся крышкой.

Таблица 9

Определяемые элементы	Массовая доля элемента в стандартном образце, % к никелю			
	1 й образец	2 й образец	3 й образец	4-й образец
Кобальт	0,1	0,2	0,5	1,0
Свинец	0,0005	0,001	0,002	0,005
Железо	0,002	0,005	0,001	0,002
Медь	0,001	0,002	0,005	0,01
Кальций	0,05	0,1	0,4	1,0
Магний	0,03	0,05	0,1	0,2

Таблица 10

Вводимый элемент	Масса вводимого в стандартный образец элемента, мг на 10 г никеля			
	1 й образец	2 й образец	3 й образец	4-й образец
Кобальт	10	20	50	100
Свинец	0,05	0,1	0,2	0,5
Железо	0,2	0,5	1	2
Медь	0,1	0,2	0,5	1
Кальций	5	10	40	100
Магний	3	5	10	20

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

В. Л. Хитев, канд. техн. наук; **Г. П. Красников**, канд. техн. наук; **В. Л. Кремнев**; **С. К. Калинин**, канд. хим. наук; **И. В. Коновалова**; **Л. В. Кикина**; **И. К. Фадеева**, канд. техн. наук

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 19.12.86 № 4128

3. ВЗАМЕН ГОСТ 2665—73

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 12.1.005—88	2.2, 2.6
ГОСТ 12.1.007—76	2.2, 2.4, 2.6
ГОСТ 12.3.009—76	2.7
ГОСТ 12.4.021—75	2.6
ГОСТ 61—75	4.6.1
ГОСТ 123—78	4.5.3
ГОСТ 195—77	4.6.1
ГОСТ 244—76	4.6.1
ГОСТ 804—72	4.7.1
ГОСТ 849—70	4.5.3, 4.7.1
ГОСТ 2226—88	5.1
ГОСТ 3560—73	5.1
ГОСТ 3640—79	4.7.1
ГОСТ 3769—78	4.10.1.1
ГОСТ 4204—77	4.4.1
ГОСТ 4212—76	4.7.1, 4.8.2, 4.9.1
ГОСТ 4233—77	4.6.1, 4.9.1
ГОСТ 4234—77	4.9.1
ГОСТ 4465—74	4.7.1, 4.9.1
ГОСТ 5457—75	4.7.1, 4.9.1
ГОСТ 5952—67	4.6.1
ГОСТ 9147—80	4.6.1
ГОСТ 9557—87	5.1
ГОСТ 10354—82	5.1
ГОСТ 10485—75	4.10.1, 4.10.1.2

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 10671.1—74	4.8.1
ГОСТ 10691.1—84	4.6.1
ГОСТ 13047.1—81	4.5.1, 4.5.3
ГОСТ 14192—77	5.2
ГОСТ 14261—77	4.7.1
ГОСТ 14262—78	4.7.1
ГОСТ 17433—80	4.7.1, 4.9.1
ГОСТ 17811—78	5.1
ГОСТ 18300—87	4.6.1
ГОСТ 19433—88	3.2, 5.2
ГОСТ 19908—90	4.6.1
ГОСТ 21650—76	5.1
ГОСТ 23463—79	4.6.1
ГОСТ 24104—88	4.4.1, 4.6.1, 4.7.1
ГОСТ 24597—81	5.1
ГОСТ 25086—87	4.2.1
ГОСТ 25336—82	4.4.1
ГОСТ 26981—84	5.1

5. Ограничение срока действия снято по решению Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол 3—93 от 17.02.93)

6. Переиздание (март 1994 г.) с Изменением № 1, утвержденным в июне 1989 г., № 2, принятым Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 4 от 21.10.93) (ИУС 11—89)

Редактор *Л. Д. Курочкина*
Технический редактор *О. Н. Никитина*
Корректор *Н. И. Гаврищук*

Сдано в наб. 23.03.94. Подп. в печ. 08.06.94. Усл. п. л. 1,63. Усл. кр.-отт. 1,63. Уч.-изд. л. 1,60. Тир. 444 экз. С 1400.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256. Зак. 684

gost.e-ecolog.ru