
МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

ГОСТ
2665—
2021

НИКЕЛЬ СЕРНОКИСЛЫЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ

Технические условия

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2023

Предисловие

Цели, основные принципы и общие правила проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Обществом с ограниченной ответственностью «Институт Гипроникель» (ООО «Институт Гипроникель»)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 370 «Никель. Кобальт»

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 26 августа 2021 г. № 142-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	ЗАО «Национальный орган по стандартизации и метрологии» Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

(поправка)

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 22 октября 2021 г. № 1260-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 2665—2021 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 мая 2022 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 2665—86

6 ИЗДАНИЕ (март 2023 г.) с Поправкой (ИУС № 8 2022 г.)

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

© Оформление. ФГБУ «Институт стандартизации», 2022, 2023



В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения	1
2 Нормативные ссылки	1
3 Технические требования	3
4 Требования безопасности	5
5 Требования охраны окружающей среды.	6
6 Правила приемки	7
7 Методы контроля	7
8 Транспортирование и хранение.	21
9 Гарантии изготовителя	21
Приложение А (обязательное) Методика приготовления стандартных образцов для градуировки.	22

НИКЕЛЬ СЕРНОКИСЛЫЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ**Технические условия**Technical nickel sulphate.
Specifications

Дата введения — 2022—05—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на технический серноокислый никель, получаемый из полупродуктов никель-кобальтового и медного производств и применяемый в гальваническом производстве для никелирования, электротехнической, парфюмерной, химической и других отраслях промышленности и для экспорта.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 8.010 Государственная система обеспечения единства измерений. Методики выполнения измерений. Основные положения

ГОСТ 12.1.003 Система стандартов безопасности труда. Шум. Общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.005 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.007 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.019 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ 12.4.009 Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание

ГОСТ 12.4.021 Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования

ГОСТ 17.2.3.01 Охрана природы. Атмосфера. Правила контроля качества воздуха населенных пунктов

ГОСТ 17.2.3.02 Правила установления допустимых выбросов загрязняющих веществ промышленными предприятиями*

ГОСТ 61 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия

ГОСТ 83 Реактивы. Натрий углекислый. Технические условия

ГОСТ 123 Кобальт. Технические условия

ГОСТ 195 Натрий сернистоокислый. Технические условия

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р 58577—2019 «Правила установления нормативов допустимых выбросов загрязняющих веществ проектируемыми и действующими хозяйствующими субъектами и методы определения этих нормативов».

- ГОСТ 244 Натрия тиосульфат кристаллический. Технические условия
ГОСТ 804 Магний первичный в чушках. Технические условия
ГОСТ 849 Никель первичный. Технические условия
ГОСТ 1770 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия
ГОСТ 2226 Мешки из бумаги и комбинированных материалов. Общие технические условия
ГОСТ 3118 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия
ГОСТ 3560 Лента стальная упаковочная. Технические условия
ГОСТ 3640 Цинк. Технические условия
ГОСТ 3769 Реактивы. Аммоний серноокислый. Технические условия
ГОСТ 3778 Свинец. Технические условия
ГОСТ 4147 Реактивы. Железо (III) хлорид 6-водный. Технические условия
ГОСТ 4160 Реактивы. Калий бромистый. Технические условия
ГОСТ 4204 Реактивы. Кислота серная. Технические условия
ГОСТ 4212 Реактивы. Методы приготовления растворов для колориметрического и нефелометрического анализа
ГОСТ 4233 Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия
ГОСТ 4234 Реактивы. Калий хлористый. Технические условия
ГОСТ 4461 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия
ГОСТ 4465 Реактивы. Никель (II) серноокислый 7-водный. Технические условия
ГОСТ 4517 Реактивы. Методы приготовления вспомогательных реактивов и растворов, применяемых при анализе
ГОСТ 4530 Реактивы. Кальций углекислый. Технические условия
ГОСТ 5457 Ацетилен растворенный и газообразный технический. Технические условия
ГОСТ 5962 Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья. Технические условия
ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия
ГОСТ 9147 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия
ГОСТ 9722 Порошок никелевый. Технические условия
ГОСТ 9849 Порошок железный. Технические условия
ГОСТ 10354 Пленка полиэтиленовая. Технические условия
ГОСТ 10485 Реактивы. Методы определения примеси мышьяка
ГОСТ 10671.0 Реактивы. Общие требования к методам анализа примесей анионов
ГОСТ 10671.7 Реактивы. Методы определения примеси хлоридов
ГОСТ 11125 Кислота азотная особой чистоты. Технические условия
ГОСТ 13047.2 Никель. Кобальт. Методы определения никеля в никеле
ГОСТ 14192 Маркировка грузов
ГОСТ 14261 Кислота соляная особой чистоты. Технические условия
ГОСТ 14262 Кислота серная особой чистоты. Технические условия
ГОСТ 17299 Спирт этиловый технический. Технические условия
ГОСТ 17433 Промышленная чистота. Сжатый воздух. Классы загрязненности
ГОСТ 17811 Мешки полиэтиленовые для химической продукции. Технические условия
ГОСТ 18300 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия*
ГОСТ 19433 Грузы опасные. Классификация и маркировка
ГОСТ 19627 Гидрохинон (парадиоксибензол). Технические условия
ГОСТ 19908 Тигли, чаши, стаканы, колбы, воронки, пробирки и наконечники из прозрачного кварцевого стекла. Общие технические условия
ГОСТ 21650 Средства скрепления тарно-штучных грузов в транспортных пакетах. Общие требования
ГОСТ 23463 Графит порошковый особой чистоты. Технические условия
ГОСТ 23932 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Общие технические условия
ГОСТ 24104 Весы лабораторные. Общие технические требования**

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р 55878—2013 «Спирт этиловый технический гидролизный ректификованный. Технические условия».

** В Российской Федерации действует ГОСТ Р 53228—2008 «Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания».

ГОСТ 24597 Пакеты тарно-штучных грузов. Основные параметры и размеры
 ГОСТ 25086 Цветные металлы и их сплавы. Общие требования к методам анализа
 ГОСТ 25336 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры
 ГОСТ 25664 Метол (4-метиламинофенол сульфат). Технические условия
 ГОСТ 26319 Грузы опасные. Упаковка
 ГОСТ 26381 Поддоны плоские одноразового использования. Общие технические условия
 ГОСТ 27025 Реактивы. Общие указания по проведению испытаний
 ГОСТ 29169 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой
 ГОСТ 29227 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования
 ГОСТ 31340 Предупредительная маркировка химической продукции. Общие требования
 ГОСТ 33757 Поддоны плоские деревянные. Технические условия
 ГОСТ OIML R 76-1 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (www.easc.by) или по указателям национальных стандартов, издаваемым в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. Если на документ дана недатированная ссылка, то следует использовать документ, действующий на текущий момент, с учетом всех внесенных в него изменений. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то следует использовать указанную версию этого документа. Если после принятия настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение применяется без учета данного изменения. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Технические требования

3.1 Технический серноокислый никель изготавливают в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологической инструкции, утвержденной в установленном порядке.

3.2 Технический серноокислый никель изготавливают двух марок: НС-0 и НС-1.

Технический серноокислый никель марки НС-0 получают из полупродуктов производства меди и применяют для изготовления химических реактивов и других целей; марки НС-1 — из серноокислых никелевых растворов производства кобальта и применяют для никелирования, аккумуляторной, жировой, парфюмерной промышленности и других целей.

3.3 По физико-химическим показателям технический серноокислый никель должен соответствовать нормам, указанным в таблице 1.

Т а б л и ц а 1 — Физико-химические свойства для марок НС-0 и НС-1 технического серноокислого никеля

Наименование показателя	Норма для марки	
	НС-0	НС-1
1 Внешний вид	Зеленые кристаллы различной величины без механических примесей	
2 Массовая доля нерастворимого остатка, %, не более	0,03	0,04
3 Массовая доля никеля, %, не менее	20,8	20,7
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

Окончание таблицы 1

Наименование показателя	Норма для марки	
	НС-0	НС-1
медь	0,001	0,002
кальций	0,08	0,1
магний	0,03	0,02
хлориды	0,01	0,1
<p>Примечания</p> <p>1 В серноокислом 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 %.</p> <p>2 В серноокислом никеле марки НС-1, предназначенном для аккумуляторной промышленности и для никелирования, массовая доля цинка не должна превышать 0,004 %.</p> <p>3 В продукте, предназначенном для экспорта, массовая доля никеля должна составлять не менее 21,9 %.</p> <p>4 По согласованию изготовителя с заказчиком в продукте, предназначенном для экспорта, определяют фактическое содержание алюминия, кадмия, калия, кремния, марганца, мышьяка, натрия, олова, селена, сурьмы, хрома, фосфора по методикам измерений, аттестованным в установленном порядке.</p> <p>5 В серноокислом никеле, предназначенном для жировой и парфюмерной промышленности, необходимо проводить определение присутствия мышьяка.</p>		

3.4 В серноокислом никеле, предназначенном для жировой и парфюмерной промышленности, необходимо проводить определение мышьяка в соответствии с 7.10.

3.5 Маркировка

3.5.1 При маркировке следует соблюдать нормы законодательства, действующего в каждом из государств — участников Соглашения о проведении согласованной политики в области стандартизации, метрологии и сертификации (далее — Соглашение) и устанавливающего порядок маркирования продукции информацией на государственном языке.

3.5.2 Маркировка, характеризующая продукт, должна содержать:

- товарный знак или наименование предприятия-изготовителя и его товарный знак;
- наименование, марку и сорт продукта;
- сведения о массе нетто, кг;
- знак опасности — по ГОСТ 19433 (класс 9, подкласс 9.1, классификационный шифр 9153);
- номер партии;
- номер ООН 3077 (вещество твердое опасное для окружающей среды, н.у.к.);
- дату изготовления;
- обозначение настоящего стандарта.

3.5.3 Транспортная маркировка — по ГОСТ 14192 с нанесением манипуляционных знаков «Беречь от влаги» и в соответствии с правилами перевозки опасных грузов на соответствующем виде транспорта.

Маркировочные данные и манипуляционные знаки наносят типографским способом или с помощью клише, трафарета или ярлыков по ГОСТ 14192.

Транспортную маркировку следует наносить на каждое грузовое место.

3.5.4 На каждое грузовое место дополнительно необходимо наносить предупредительную маркировку в соответствии с требованиями ГОСТ 31340.

Маркировка должна быть четкой и легко читаемой, устойчивой к механическому воздействию, к воздействию химических веществ, климатических факторов и сохраняться до момента полного использования и (или) утилизации (переработки) продукта.

3.5.5 Продукт, предназначенный для экспорта, упаковывают, маркируют и транспортируют в соответствии с контрактом и требованиями настоящего стандарта. Транспортная маркировка — по ГОСТ 14192, предупредительная маркировка — по ГОСТ 31340, маркировка должна соответствовать требованиям европейских стандартов EFIBCA, рекомендациям ООН, международным правилам и соглашениям о перевозке опасных грузов, действующими между государствами — участниками этих соглашений.

3.6 Упаковка

3.6.1 Упаковка технического серноокислого никеля должна соответствовать требованиям ГОСТ 26319.

3.6.2 Технический серноокислый никель марки НС-0 упаковывают в трех-шестислойные бумажные мешки марки НМ по ГОСТ 2226 с внутренним полиэтиленовым мешком по ГОСТ 17811 из пленки толщиной $(0,220 \pm 0,030)$ мм. Допускается применение бумажных мешков марок ВМ, ПМ и ВМП по ГОСТ 2226 с внутренним полиэтиленовым мешком по ГОСТ 17811 из пленки толщиной $(0,220 \pm 0,030)$ мм.

Технический серноокислый 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 в соответствии с нормативными документами или трех-шестислойные бумажные мешки марки НМ по ГОСТ 2226 с внутренним полиэтиленовым мешком по ГОСТ 17811 из пленки толщиной $(0,220 \pm 0,030)$ мм. Допускается применение бумажных мешков марок ВМ, ПМ и ВМП по ГОСТ 2226 с внутренним полиэтиленовым мешком по ГОСТ 17811 из пленки толщиной $(0,220 \pm 0,030)$ мм.

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

Мешки с техническим серноокислым никелем формируют в пакеты по правилам, действующим на данном виде транспорта по ГОСТ 24597, на плоских деревянных поддонах по ГОСТ 33757 или ГОСТ 26381. Пакеты скрепляют стальной упаковочной лентой по ГОСТ 3560 или другим средством скрепления грузов, обеспечивающим соблюдение требований ГОСТ 21650.

Металлическую поверхность контейнера, соприкасающуюся с продуктом, окрашивают системой покрытия в соответствии с нормативными документами. Нижнюю часть контейнера типа СК-3-1,5 (КШМК-5М) на высоту 40 см выкладывают изнутри полиэтиленовой пленкой по ГОСТ 10354 или бельтингом повторного использования или лавсановой тканью ТЛФ-5 повторного использования. По согласованию с заказчиком допускается использование материала подобного типа.

3.6.3 Транспортная упаковка должна иметь сертификат соответствия требованиям ГОСТ 26319.

Нормативную документацию на тару и упаковку необходимо согласовывать с органами исполнительной власти в области железнодорожного транспорта государств, принявших настоящий стандарт.

4 Требования безопасности

4.1 Технический серноокислый никель является кристаллическим веществом. При попадании в организм человека оказывает канцерогенное и общетоксическое действие, при контакте с кожей и вдыхании может вызывать аллергическую реакцию.

4.2 При растворении серноокислого никеля в воде образуется гидроаэрозоль, который по степени воздействия на организм человека относится к веществам 1-го класса опасности по ГОСТ 12.1.007.

Предельно допустимая концентрация гидроаэрозоля серноокислого никеля в пересчете на никель в воздухе рабочей зоны производственных помещений — $0,005 \text{ мг/м}^3$ по ГОСТ 12.1.005*.

4.3 Технический серноокислый никель негорюч, пожаро- и взрывобезопасен.

Обезвреживанию и уничтожению серноокислый никель не подлежит. Просыпавшийся продукт после сухой и последующей влажной уборки утилизируют в технологических процессах получения или потребления серноокислого никеля.

4.4 При работе с серноокислым никелем необходимо соблюдать общие требования безопасности по ГОСТ 12.1.005.

4.5 Производственный персонал должен быть обеспечен специальной одеждой, специальной обувью и другими средствами индивидуальной защиты в соответствии с нормативными документами и технической документацией.

4.6 В целях коллективной защиты следует предусмотреть герметизацию оборудования.

Производственные и лабораторные помещения, в которых проводится работа с серноокислым никелем, должны быть оснащены приточно-вытяжной вентиляцией по ГОСТ 12.4.021, обеспечивающей

* В Российской Федерации также действует ГН 2.2.5.3532—18 «Предельно допустимые концентрации (ПДК) вредных веществ в воздухе рабочей зоны».

состояние воздушной среды в соответствии с ГОСТ 12.1.005. Места выделения вредных веществ в воздух рабочей зоны необходимо оборудовать местными вытяжными устройствами.

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

4.7 Персонал, занятый на производстве серноокислого никеля и выполнении анализов, обязан проходить медицинские осмотры в соответствии с порядком и сроками проведения предварительных (при поступлении на работу) и периодических осмотров в соответствии с требованиями национальных органов здравоохранения.

Лица моложе 18 лет и беременные женщины к работе с продуктом не допускаются.

4.8 Персонал, занятый на производстве серноокислого никеля и выполнении анализов, необходимо обеспечить санитарно-бытовыми помещениями согласно требованиям, установленным в национальных нормативных документах стран — участниц Соглашения*.

4.9 В производственных помещениях (включая помещения для проведения химических анализов) запрещается хранить пищевые продукты и воду, принимать пищу, пить и курить.

4.10 После окончания работ необходимо провести уборку рабочего места, очистить специальную одежду, другие защитные средства и используемые инструменты, вымыть руки и лицо с мылом, а в конце смены принять душ.

4.11 Средства и способы пожаротушения — по ГОСТ 12.4.009.

4.12 Общие требования к защите от шума на рабочих местах, шумовым характеристикам машин — в соответствии с ГОСТ 12.1.003.

4.13 Общие требования и номенклатура видов защиты по электробезопасности — по ГОСТ 12.1.019.

5 Требования охраны окружающей среды

5.1 Контроль содержания вредных веществ в объектах окружающей среды при производстве и использовании серноокислого никеля осуществляют аккредитованные службы предприятий-изготовителей или специализированные организации.

5.2 При производстве и использовании серноокислого никеля в атмосферный воздух через организованные источники выбросов возможны выделения аэрозолей загрязняющих веществ, концентрации которых в приземном слое, начиная с границы санитарно-защитной зоны и далее, с учетом рассеивания, не должны превышать значений предельно допустимых концентраций (ПДК) и ориентировочно безопасные уровни воздействия для населенных мест (ОБУВ).

5.3 С целью охраны атмосферного воздуха от загрязнения необходимо обеспечить выполнение требований ГОСТ 17.2.3.01 и ГОСТ 17.2.3.02**.

5.4 При попадании загрязняющих веществ, образующихся при производстве и использовании серноокислого никеля, в воды объектов водопользования или в воды объектов рыбохозяйственного значения их содержание должно соответствовать требованиям, установленным в национальных нормативных документах стран — участниц Соглашения***.

5.5 Допустимый уровень загрязнения почвенного покрова населенных мест веществами, образующимися при производстве и использовании серноокислого никеля, — не более значений ПДК согласно требованиям, установленным в национальных нормативных документах стран — участниц Соглашения4*.

* В Российской Федерации — в соответствии с СП 44.13330.2011 «СНиП 2.09.04.87 Административные и бытовые здания» для группы 3б производственных процессов.

** В Российской Федерации также действует СанПиН 2.1.6.1032-01 «Гигиенические требования к обеспечению качества атмосферного воздуха населенных мест».

*** В Российской Федерации — требованиям с ГН 2.1.5.1315—03 «Предельно допустимые концентрации (ПДК) химических веществ в воде водных объектов хозяйственно-питьевого и культурно-бытового водопользования» и Приказа Министерства сельского хозяйства Российской Федерации от 13 декабря 2016 г. № 552 «Об утверждении нормативов качества воды водных объектов рыбохозяйственного значения, в том числе нормативов предельно допустимых концентраций вредных веществ в водах водных объектов рыбохозяйственного значения».

4* В Российской Федерации — требованиям МУ 2.1.7.730—99 «Гигиеническая оценка качества почвы населенных мест».

6 Правила приемки

6.1 Технический серноокислый 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.

6.2 Документ о качестве должен содержать:

- товарный знак или наименование предприятия-изготовителя и его товарный знак;
- наименование продукта и его марку;
- номер партии;
- массу партии нетто и брутто, кг;
- 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.

Допускается при необходимости приводить другие данные.

6.3 Для проверки соответствия качества серноокислого никеля требованиям настоящего стандарта отбирают количество упаковочных единиц в соответствии таблицей 2.

Т а б л и ц а 2 — Объем выборки в зависимости от объема партии

В штуках

Количество упаковочных единиц в партии					Количество упаковочных единиц, из которых должны быть отобраны точечные пробы
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	»	290	»	12

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

При получении неудовлетворительных результатов анализа хотя бы по одному из показателей проводят повторный анализ на удвоенной выборке той же партии. Результаты повторных анализов распространяются на всю партию.

7 Методы контроля

7.1 Отбор проб

7.1.1 Точечные пробы отбирают вручную из мешка шупом в одной точке, погружая его на 3/4 глубины мешка; из контейнера — в пяти точках по методу конверта.

7.1.2 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.

7.1.3 Готовую пробу делят на две равные части, каждую из которых помещают в чистую, сухую, плотно закрывающуюся банку или полиэтиленовый пакет с плотно завязанной горловиной. Одну часть пробы передают для проведения анализа продукции, другую хранят как контрольную.

Каждую банку или полиэтиленовый пакет снабжают этикеткой, на которой указывают:

- наименование продукта;
- номер партии;
- дату отбора пробы;
- фамилию пробоотборщика или штамп с номером;
- регистрационный номер пробы;
- назначение пробы.

Допускается использовать другую упаковку, обеспечивающую сохранность представительности пробы.

7.2 Определение внешнего вида

Внешний вид серноокислого никеля определяют визуально.

7.3 Общие требования к методикам измерений

7.3.1 Общие требования к методикам измерений — по ГОСТ 27025, ГОСТ 10671.0, ГОСТ 25086.

7.3.2 Массовую долю компонентов определяют параллельно в двух или трех навесках — по количеству параллельных определений, число которых указывают в конкретной методике измерений. Одновременно в тех же условиях проводят контрольный (холостой) опыт для внесения поправки в результаты анализа, если проведение контрольного опыта регламентировано методикой анализа.

7.3.3 Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также реактивов по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте.

7.3.4 Перед проведением анализа пробу тщательно перемешивают.

7.3.5 Методы проверки приемлемости результатов, получаемых в условиях повторяемости и воспроизводимости

7.3.5.1 Проверку приемлемости результатов параллельных определений, полученных в условиях повторяемости, осуществляют при получении каждого результата измерений рабочих проб.

За результат измерений содержания определяемого показателя в пробе принимают среднее арифметическое значение результатов n параллельных определений, полученных в условиях повторяемости, расхождение между которыми не превышает предела повторяемости. Значения предела повторяемости r для n результатов параллельных определений приведены в конкретной методике измерений в 7.4—7.7, 7.9.

При превышении предела повторяемости r анализ повторяют или используют методы оценки приемлемости результатов измерений согласно требованиям, установленным в национальных нормативных документах стран — участниц Соглашения*.

7.3.5.2 Расхождение между результатами измерений, полученными в двух лабораториях, не должно превышать предел воспроизводимости. При выполнении этого условия приемлемы оба результата измерений, и в качестве окончательного может быть использовано их общее среднее значение.

При превышении предела воспроизводимости могут быть использованы методы оценки приемлемости результатов измерений согласно требованиям, установленным в национальных нормативных документах стран — участниц Соглашения*.

7.3.6 Контроль точности результатов измерений

7.3.6.1 Контроль градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику признают стабильной при выполнении условия

$$|X_{гр} - C| \leq K_{гр}, \quad (1)$$

где $X_{гр}$ — значение массовой концентрации элемента в градуировочном образце, найденное по градуировочной характеристике, ед.изм.;

* В Российской Федерации — требованиям ГОСТ Р ИСО 5725-6 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике».

C — приписанное (опорное) значение массовой концентрации элемента в градуировочном образце, ед.изм.;

$K_{гр}$ — значение норматива контроля стабильности градуировочного графика, установленное в лаборатории при построении градуировочной характеристики.

7.3.6.2 Внутрिलाбораторный контроль качества результатов измерений проводят для методик измерений с установленными показателями качества. При реализации методик измерений в лаборатории обеспечивают оперативный контроль процедуры измерений и контроль стабильности результатов измерений.

Алгоритм оперативного контроля процедуры измерений и процедуры контроля стабильности результатов измерений регламентируют в документах лаборатории.

7.3.7 Оформление результатов измерений

7.3.7.1 Результаты измерений (при доверительной вероятности $P = 0,95$) представляют в виде

$$X \pm \Delta, \quad (2)$$

где X — результат измерений, %;

$\pm\Delta$ — характеристика погрешности измерений, %.

Значения $\pm\Delta$ приведены в 7.4—7.7, 7.9, устанавливающих соответствующую методику измерений.

7.3.7.2 Значение результата измерений должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и значение показателя точности, гарантируемого при применении методик измерений, установленных настоящим стандартом.

При составлении документа о качестве продукта на основании результатов анализа допускается результат измерений химического состава округлять до последнего знака, указанного для основного компонента и примесей в таблице 1.

Правила округления чисел должны соответствовать требованиям, установленным в нормативных документах, действующих на территории государства, принявшего настоящий стандарт*.

7.3.7.3 Допускается применение других методик (методов) измерений, аттестованных в установленном порядке в соответствии с ГОСТ 8.010 и обеспечивающих получение результатов измерений с погрешностями, не превышающими указанные в настоящем стандарте.

7.3.8 При возникновении разногласий в оценке качества продукта массовую долю магния определяют атомно-абсорбционным методом.

7.4 Измерение массовой доли нерастворимого остатка

7.4.1 Массовую долю нерастворимого остатка определяют гравиметрическим методом в диапазоне измерений от 0,020 % до 0,050 %.

7.4.2 Сущность метода

Метод основан на растворении пробы сернокислого никеля в воде, подкисленной серной кислотой, последующем фильтровании, высушивании и взвешивании нерастворимого остатка.

7.4.3 Характеристики показателей точности измерений

Показатель точности измерений массовой доли нерастворимого остатка соответствует характеристикам, приведенным в таблице 3 (при $P = 0,95$).

Значения пределов повторяемости и воспроизводимости измерений для доверительной вероятности $P = 0,95$ приведены в таблице 3.

Т а б л и ц а 3 — Значения показателя точности, пределов повторяемости и воспроизводимости измерений массовой доли нерастворимого остатка при доверительной вероятности $P = 0,95$

В процентах

Диапазон измерений массовой доли					Показатель точности $\pm\Delta$	Предел	
						повторяемости r ($n = 3$)	воспроизводимости R
От	0,020	до	0,030	включ.	0,007	0,008	0,010
Св.	0,030	»	0,040	»	0,008	0,010	0,012
»	0,040	»	0,050	»	0,011	0,012	0,016

* В Российской Федерации действует СТ СЭВ 543 «Числа. Правила записи и округления».

7.4.4 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы:

- весы лабораторные с наибольшим пределом взвешивания 200 г специального класса точности по ГОСТ 24104 или ГОСТ OIML R 76-1 с дискретностью 0,0001 г;
- тигли фильтрующие ТФ-ПОР-40 или ТФ-ПОР-16 по ГОСТ 25336;
- колбу для фильтрования под вакуумом по ГОСТ 25336;
- эксикатор по ГОСТ 25336;
- насос водоструйный по ГОСТ 25336 или другое приспособление для фильтрования под вакуумом;
- шкаф сушильный с терморегулятором, обеспечивающий режим сушки от 105 °С до 110 °С;
- бумагу универсальную индикаторную*;
- кислоту серную по ГОСТ 4204, разбавленную 1:1;
- воду дистиллированную по ГОСТ 6709;
- воду дистиллированную, подкисленную серной кислотой (1:1) до pH 4—5;
- стакан Н-1 (В-1)-600 ТХС по ГОСТ 25336;
- цилиндр 1-500-2 по ГОСТ 1770;
- баню водяную;
- часовое стекло.

7.4.5 Проведение анализа

Навеску пробы никеля серноокислого массой 100,00 г помещают в стакан и растворяют в 200 см³ воды, подкисленной до pH 4—5. Накрывают стакан часовым стеклом, нагревают в течение 1 ч на кипящей водяной бане и фильтруют под вакуумом через стеклянный фильтрующий тигель, предварительно высушенный при температуре от 105 °С до 110 °С до постоянной массы (охлаждают в эксикаторе) и взвешенный. Остаток на фильтре промывают горячей водой объемом от 100 до 150 см³. Тигель с остатком высушивают до постоянной массы при температуре от 105 °С до 110 °С, охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

7.4.6 Обработка результатов

Массовую долю нерастворимого остатка X , %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m_2 - m_1) \cdot 100}{m}, \quad (3)$$

где m_2 — масса тигля с высушенным нерастворимым остатком, г;

m_1 — масса пустого тигля, г;

m — масса навески серноокислого никеля, г.

Проверка приемлемости, вычисление окончательного результата измерений и оформление результатов измерений — в соответствии с 7.3.5, 7.3.6.

7.5 Определение массовой доли никеля

7.5.1 Массовую долю никеля определяют электрогравиметрическим методом по ГОСТ 13047.2 со следующими изменениями. Навеску серноокислого никеля массой 5,0000 г растворяют при слабом нагревании в 50 см³ воды, подкисленной серной кислотой, и фильтруют через пористый тигель в стакан вместимостью 400 см³. Тигель промывают четыре-пять раз горячей водой и объединяют промывной раствор с основным фильтратом. Полученный раствор разбавляют водой до объема 150—200 см³, прибавляют 3 г серноокислого аммония, аммиак до перехода всего никеля в растворимый аммиачный комплекс и 10 см³ в избыток.

Далее определение проводят по ГОСТ 13047.2.

7.5.2 Контроль правильности результатов анализа

При определении массовой доли никеля контроль правильности результатов анализа осуществляют по смеси веществ.

Для приготовления смеси веществ используют никель марки Н-0 по ГОСТ 849 и кобальт марки К0 по ГОСТ 123.

* В Российской Федерации — в соответствии с ТУ 6-09-1181-89 «Бумага индикаторная универсальная для определения pH 1—10 и 7—14. Технические условия».

Смесь приготавливают смешением расчетных количеств растворов никеля и кобальта. Навеску никеля массой 49,5000 г растворяют в 150—200 см³ азотной кислоты (1:1). После удаления кипячением оксидов азота раствор охлаждают и переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³.

Навеску кобальта массой 5,0000 г растворяют в 50 см³ азотной кислоты (1:1), 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 см³ приготовленного раствора смеси, содержащей 990 мг никеля и 10 мг кобальта, помещают в стакан вместимостью 400 см³, приливают 20 см³ серной кислоты и проводят анализ в соответствии с ГОСТ 13047.2 одновременно с анализом проб.

Массовую долю никеля вычисляют, как указано в 7.5.3, принимая m равным 1 г.

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

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

7.5.3 Обработка результатов

Массовую долю никеля X_1 , %, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(m_1 - m_2 - m_3) \cdot 100}{m} + \frac{m_4 V \cdot 100}{m V_1} - (X_2 + X_3), \quad (4)$$

где m_1 — масса катода после электролиза, г;

m_2 — масса катода до электролиза, г;

m_3 — потеря массы анода, г;

m — масса навески сернокислого никеля, 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;

X_2 — массовая доля цинка, %, определенная в соответствии с 7.7;

X_3 — массовая доля кобальта, %, определенная в соответствии с 7.6.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов трех параллельных определений, если расхождение между максимальным и минимальным результатами не превышает предел повторяемости $r = 0,3$ % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

За результат измерений может быть принято среднее арифметическое двух результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости, если их абсолютное расхождение не превышает предел воспроизводимости $R = 0,4$ % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

Показатель точности (границы, в которых находится погрешность методики измерений при доверительной вероятности $P = 0,95$) $\pm \Delta = 0,3$ %.

7.6 Определение массовых долей кобальта, свинца, железа, меди, кальция и магния

7.6.1 Массовые доли кобальта, свинца, железа, меди, кальция и магния определяют спектральным методом с дугой постоянного тока в качестве возбуждения спектра в диапазонах измерений в соответствии с таблицей 4.

Т а б л и ц а 4 — Диапазоны измерений массовых долей кобальта, свинца, железа, меди, кальция и магния

В процентах

Определяемый элемент	Диапазон измерений массовых долей				
Кобальт	От	0,05	до	0,20	включ.
Свинец	От	0,0005	до	0,0010	включ.
Железо	От	0,0005	до	0,0030	включ.
Медь	От	0,0005	до	0,0030	включ.
Кальций	От	0,05	до	0,20	включ.
Магний	От	0,010	до	0,030	включ.

7.6.2 Сущность метода

Метод основан на возбуждении спектра элемента в дуге постоянного тока с последующей регистрацией излучения спектральных линий фотографическим или фотоэлектрическим способом. При проведении анализа используют зависимость интенсивностей спектральных линий элементов от их массовых долей в пробе. Пробу предварительно переводят в оксидную форму. Пункты и параметры, относящиеся только к фотографическому или только к фотоэлектрическому способу регистрации спектра, обозначены в тексте ФГ и ФЭ соответственно.

Градуировочные зависимости между интенсивностями спектральных линий и массовыми долями определяемых элементов находят с помощью синтетических стандартных образцов состава оксида никеля, 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.

7.6.3 Характеристики показателей точности измерений

Показатели точности измерений массовой доли кобальта, свинца, железа, меди, кальция и магния соответствуют характеристикам, приведенным в таблице 5 (при $P = 0,95$).

Значения пределов повторяемости и воспроизводимости измерений для доверительной вероятности $P = 0,95$ приведены в таблице 5.

Т а б л и ц а 5 — Значения показателя точности, пределов повторяемости и воспроизводимости измерений массовой доли кобальта, свинца, железа, меди, кальция, магния при доверительной вероятности $P = 0,95$

В процентах

Определяемый элемент	Диапазон измерений массовых долей					Показатель точности $\pm\Delta$	Предел	
							повторяемости $r (n = 2)$	воспроизводимости R
Кобальт	От	0,05	до	0,10	включ.	0,03	0,02	0,04
	Св.	0,10	»	0,20	»	0,06	0,04	0,08
Свинец	От	0,0005	до	0,0010	включ.	0,0003	0,0002	0,0004
	Св.	0,0010	»	0,0020	»	0,0009	0,0006	0,0012
Железо	»	0,0020	»	0,0030	»	0,0011	0,0008	0,0016
	От	0,0005	до	0,0010	включ.	0,0003	0,0002	0,0004
	Св.	0,0010	»	0,0020	»	0,0009	0,0006	0,0012
Медь	»	0,0020	»	0,0030	»	0,0011	0,0008	0,0016
	От	0,0005	до	0,0010	включ.	0,0003	0,0002	0,0004
	Св.	0,0010	»	0,0020	»	0,0009	0,0006	0,0012
Кальций	»	0,0020	»	0,0030	»	0,0011	0,0008	0,0016
	От	0,05	до	0,10	включ.	0,03	0,02	0,04
	Св.	0,10	»	0,20	»	0,09	0,06	0,12
Магний	От	0,010	до	0,020	включ.	0,009	0,006	0,012
	Св.	0,020	»	0,030	»	0,011	0,008	0,016

7.6.4 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы:

- спектрометр (ФЭ) или спектрограф (ФГ) для ультрафиолетовой области спектра любого типа;
- источник питания дуги постоянного тока типа УГЭ-4 или любой другой с устройством для высокочастотного поджига, обеспечивающий напряжение не менее 200 В и силу тока от 8 до 10 А;
- микрофотометр нерегистрирующий любого типа (ФГ);
- весы лабораторные специального или высокого класса точности любого типа по ГОСТ 24104 или ГОСТ OIML R 76-1;

- печь муфельную любого типа с терморегулятором, обеспечивающую нагревание до температуры 1000 °С;
- шкаф сушильный лабораторный электрический с терморегулятором, обеспечивающий режим сушки;
- станок для заточки графитовых электродов;
- ступку с пестиком яшмовую или агатовую;
- чашки выпарительные из кварцевого стекла по ГОСТ 19908 или фарфоровые № 2 или № 3 по ГОСТ 9147;
- колпаки стеклянные или пластмассовые для защиты от загрязнения приготовленных к анализу проб, стандартных образцов и электродов;
- угли спектральные марок ОСЧ-7-3, или С-2, или С-3;
- графит порошок особой чистоты по ГОСТ 23463;
- фотопластинки спектрографические типа ПФС-01, ПФС-02, ПФС-03, П или других типов чувствительностью от 5 до 15 ед. (ФГ);
- натрий хлористый по ГОСТ 4233;
- спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300 или спирт этиловый технический по ГОСТ 17299, дополнительно очищенный перегонкой или иным способом;
- воду дистиллированную по ГОСТ 6709, дополнительно очищенную перегонкой или иным способом;
- стандартные образцы состава оксида никеля, изготовленные в соответствии с приложением А или иным способом и утвержденные в установленном порядке;
- проявитель, состоящий из двух растворов (ФГ).

Раствор 1:

- метол (параметиламинофенолсульфат) по ГОСТ 25664 — 2,5 г;
- гидрохинон (парадиоксибензол) по ГОСТ 19627 — 12 г;
- натрий сернистокислый безводный по ГОСТ 195 — 55 г;
- вода дистиллированная по ГОСТ 6709 — до 1 дм³.

Раствор 2:

- натрий углекислый безводный по ГОСТ 83 — 42 г;
- калий бромистый по ГОСТ 4160 — 7 г;
- вода дистиллированная по ГОСТ 6709 — до 1 дм³.

Перед проявлением растворы 1 и 2 смешивают в соотношении объемов 1:1. Допускается применение контрастно работающего проявителя другого состава.

Фиксажный раствор (ФГ):

- натрий тиосульфат кристаллический по ГОСТ 244 — 300 г;
- натрий сернистокислый безводный по ГОСТ 195 — 25 г;
- кислота уксусная по ГОСТ 61 — 8 см³;
- вода дистиллированная по ГОСТ 6709 — до 1 дм³.

7.6.5 Подготовка к анализу

7.6.5.1 Приготовление буферной смеси

Буферную смесь готовят следующим образом: навеску хлористого натрия массой 5,00 г растворяют в 100 см³ воды, дополнительно очищенной перегонкой или другим способом. Навеску порошкового графита массой 25 г помещают в выпарительную чашку, вливают 10 см³ приготовленного раствора хлористого натрия, равномерно смачивая порошок. Влажную массу перемешивают, высушивают в сушильном шкафу и растирают в ступке в течение 10—15 мин.

7.6.5.2 Подготовка пробы к анализу

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

Полученный оксид никеля охлаждают, измельчают до получения порошка в ступке или другим методом, исключая загрязнение материала пробы.

От порошка отбирают две навески массой по 0,500 г, к каждой из них добавляют по 0,500 г буферной смеси, перемешивают и тщательно растирают в ступке в течение 15 мин.

Таким же образом подготавливают к анализу стандартные образцы состава оксида никеля.

7.6.6 Проведение анализа

Подготовку спектрометра к выполнению измерений проводят в соответствии с инструкцией по эксплуатации и обслуживанию спектрометра (ФЭ).

Рекомендуемые длины волн аналитических линий и диапазоны определяемых массовых долей элементов приведены в таблице 6.

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.

Т а б л и ц а 6 — Рекомендуемые длины волн аналитических линий и диапазоны определяемых массовых долей элементов

Определяемый элемент	Диапазон массовых долей, % к никелю					Длина волны аналитической линии, нм
Кобальт	От	0,1	до	0,5	включ.	307,2; 308,2
Свинец	От	0,0005	до	0,0050	включ.	283,3
Железо	От	0,002	до	0,005	включ.	296,7; 302,0; 271,9
	От	0,005	до	0,020	включ.	295,4
Медь	От	0,001	до	0,010	включ.	324,7; 327,3
	Св.	0,01	до	0,02	включ.	296,1; 282,4; 249,2
Кальций	От	0,05	до	0,30	включ.	317,9
	Св.	0,3	до	1,0	включ.	318,1
Магний	От	0,03	до	0,40	включ.	277,9
Никель	Элемент сравнения					287,6

Допускается использовать другие аналитические линии, если они обеспечивают определение массовых долей элементов в требуемом диапазоне с погрешностью, не превышающей установленную настоящим стандартом.

Перемешанные с буферной смесью пробы и стандартные образцы помещают в кратер угольных электродов (диаметр кратера 2,5 мм, глубина от 2 до 3 мм, толщина стенок от 0,8 до 1,0 мм).

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

Спектры стандартных образцов и пробы фотографируют на спектрографе (ФГ) при следующих условиях: ширина щели 0,012 мм, освещение щели — трехлинзовым конденсором через трехступенчатый ослабитель, дуговой промежуток — 2,0—2,5 мм, сила тока 8—9 А, время экспозиции определяется полным испарением пробы и составляет от 1,0 до 1,5 мин.

Электрод с анализируемой пробой используется в качестве анода, а противозлектрод — в качестве катода дуги.

На полученных спектрограммах фотометрируют аналитические линии определяемых элементов и линию никеля в качестве внутреннего стандарта.

При отличии условий съемки спектров от рекомендуемых, следует предварительно подобрать условия с целью выбора оптимального интервала оптических плотностей линий.

Время экспозиции подбирают в зависимости от чувствительности используемых фотопластинок, обеспечивая нормальную оптическую плотность фона непрерывного спектра.

Фотопластины проявляют в течение 4—6 мин при температуре от 18 °С до 20 °С, промывают, фиксируют в фиксажном растворе, промывают в проточной воде и сушат.

Массовую долю элементов устанавливают по градуировочным графикам.

7.6.7 Обработка и оформление результатов анализа

7.6.7.1 В спектрах проб и стандартных образцов измеряют интенсивности аналитических линий элементов и линий сравнения никеля.

Допускается вместо интенсивности линии сравнения использовать интенсивность фона рядом с используемыми аналитическими линиями.

При фотографической регистрации спектра в спектрограммах проб и образца сравнения измеряют почернения S аналитических линий определяемых элементов и линий сравнения, выбирая степень ослабления с оптимальными значениями почернений. По результатам трех измерений значений интенсивности рассчитывают разности почернений ΔS и их средние арифметические значения $\Delta S_{\text{ср}}$ для каждого стандартного образца и каждого единичного определения пробы.

По вычисленным значениям $\Delta S_{\text{ср}}$ для стандартного образца и соответствующим им значениям массовых долей определяемых элементов в процентах к никелю C строят градуировочные графики в координатах $\Delta S - \lg C$, где C — массовая доля определяемого элемента в процентах к никелю.

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

При фотоэлектрической регистрации спектра по полученным результатам трех измерений интенсивности I аналитических линий определяемых элементов рассчитывают средние арифметические значения $I_{\text{ср}}$ для каждого стандартного образца и каждого единичного определения пробы.

По вычисленным значениям $I_{\text{ср}}$ для стандартных образцов и соответствующим им значениям массовых долей определяемых элементов C строят градуировочные графики в координатах $I_{\text{ср}} - C$ или $\lg I_{\text{ср}} - \lg C$. По значениям $I_{\text{ср}}$ или $\lg I_{\text{ср}}$ для анализируемых проб находят массовые доли определяемых элементов по соответствующим градуировочным графикам.

7.6.7.2 Массовую долю определяемого элемента в серноокислом никеле X , %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{CX_1}{100}, \quad (5)$$

где C — массовая доля определяемого элемента по отношению к никелю, %, определенная в соответствии с 7.6.6;

X_1 — массовая доля никеля, %, определенная в соответствии с 7.5.

7.6.7.3 Проверка приемлемости, вычисление окончательного результата измерений и оформление результатов измерений — в соответствии с 7.3.5, 7.3.6.

7.7 Определение массовых долей цинка и магния

7.7.1 Массовые доли цинка и магния определяют атомно-абсорбционным методом в диапазонах измерений в соответствии с таблицей 7.

Т а б л и ц а 7 — Диапазоны измерений массовых долей цинка и магния

В процентах

Определяемый элемент	Диапазон измерений массовых долей				
	От		до		включ.
Цинк	От	0,0010	до	0,0050	включ.
Магний	От	0,005	до	0,030	включ.

7.7.2 Сущность метода анализа

Метод основан на испарении и атомизации полученного после растворения серноокислого никеля в соляной кислоте раствора в пламени газовой горелки, измерении атомного поглощения резонансных спектральных линий цинка и магния с последующим определением их содержания по градуировочным графикам.

7.7.3 Характеристики показателей точности измерений

Показатель точности измерений массовой доли цинка и магния соответствует характеристикам, приведенным в таблице 8 (при $P = 0,95$).

Значения пределов повторяемости и воспроизводимости измерений для доверительной вероятности при $P = 0,95$ приведены в таблице 8.

Т а б л и ц а 8 — Значения показателя точности, пределов повторяемости и воспроизводимости измерений массовой доли цинка и магния при доверительной вероятности $P = 0,95$

В процентах

Определяемый элемент	Диапазон массовых долей					Показатель точности $\pm\Delta$	Предел	
							повторяемости $r (n = 2)$	воспроизводимости R
Цинк	От	0,0010	до	0,0030	включ.	0,0006	0,0006	0,0009
	Св.	0,0030	»	0,0050	»	0,0010	0,0008	0,0014
Магний	От	0,005	до	0,010	включ.	0,002	0,002	0,003
	Св.	0,010	»	0,030	»	0,004	0,004	0,006

7.7.4 Средства измерений, вспомогательное оборудование, материалы и реактивы

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы:

- весы технические;
- весы специального класса точности по ГОСТ 24104 или ГОСТ OIML R 76-1 с пределом взвешивания до 200 г;
- атомно-абсорбционный спектрометр, обеспечивающий проведение измерений в пламени ацетилен-воздух;
- лампу с полым катодом для возбуждения спектральной линии цинка;
- лампу с полым катодом для возбуждения спектральной линии магния;
- ацетилен газообразный по ГОСТ 5457;
- стаканы Н-1 (В-1)–250 ТХС, Н-1 (В-1)–600 ТХС по ГОСТ 25336;
- колбы мерные 2-100-2, 2-250-2, 2-1000-2 по ГОСТ 1770;
- пипетки не ниже 2 класса точности по ГОСТ 29169 и ГОСТ 29227;
- кислоту соляную по ГОСТ 3118, при необходимости очищенную перегонкой, или по ГОСТ 14261, разбавленную 1:1, раствор молярной концентрации $c(\text{HCl}) = 2$ моль/дм³ и раствор с массовой долей 1 % готовят по ГОСТ 4517;
- кислоту серную по ГОСТ 4204, при необходимости очищенную перегонкой, или по ГОСТ 14262;
- никель серноокислый по ГОСТ 4465;
- никель марки Н-0 по ГОСТ 849;
- цинк по ГОСТ 3640;
- магний первичный в чушках по ГОСТ 804;
- воду дистиллированную по ГОСТ 6709;
- раствор сернокислого никеля массовой концентрации 0,1 г/см³; готовят следующим образом: навеску сернокислого никеля массой 100,00 г растворяют в 500 см³ раствора соляной кислоты с массовой долей 1 %. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки раствором соляной кислоты с массовой долей 1 % и перемешивают.

Для приготовления раствора сернокислого никеля допускается использовать никель марки Н-0. Навеску никеля массой 21,0000 г растворяют в 100 см³ соляной кислоты (1:1) и добавляют 20 см³ серной кислоты. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой, перемешивают.

1 см³ раствора содержит 100 мг сернокислого никеля.

7.7.5 Подготовка к анализу

7.7.5.1 Приготовление растворов цинка известной концентрации

Раствор А

Навеску цинка массой 1,0000 г растворяют в 100 см³ соляной кислоты (1:1). Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой, перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 1,0 мг цинка.

Раствор Б

25 см³ раствора А отбирают в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают до метки раствором соляной кислоты с массовой долей 1% и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,1 мг цинка.

Раствор В

25 см³ раствора В отбирают в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают до метки раствором соляной кислоты с массовой долей 1% и перемешивают.

1 см³ раствора В содержит 0,01 мг цинка.

7.7.5.2 Приготовление растворов магния известной концентрации

Раствор А

Навеску магния массой 1,0000 г растворяют в 100 см³ соляной кислоты (1:1). Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой, перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 1,0 мг магния.

Раствор Б

25 см³ раствора А отбирают в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают до метки раствором соляной кислоты с массовой долей 1 % и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,1 мг магния.

Раствор В

25 см³ раствора Б отбирают в мерную колбу вместимостью 250 см³, 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 растворов — по ГОСТ 4212.

7.7.5.3 Приготовление градуировочных растворов

В пять из шести мерных колб вместимостью 100 см³ помещают следующие объемы растворов известной концентрации:

- для цинка в первые три колбы последовательно 2,5; 5,0 и 7,5 см³ раствора В, а в остальные две — 1,0 и 1,5 см³ раствора Б, что соответствует 0,025; 0,050; 0,075; 0,10 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 растворы, содержащие цинк и магний, не приливают.

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

Степень чистоты сернокислого никеля, используемого для приготовления растворов известной концентрации, проверяют на содержание цинка и магния методом добавок. В случае загрязнения сернокислого никеля указанными примесями их концентрация должна быть учтена при построении градуировочного графика.

7.7.5.4 Подготовка спектрометра к работе

Атомно-абсорбционный спектрометр подготавливают к работе согласно эксплуатационным документам прибора.

7.7.6 Проведение анализа

7.7.6.1 Навеску пробы сернокислого никеля массой 2,0000 г помещают в стакан вместимостью 100 см³, приливают 10 см³ соляной кислоты молярной концентрации $c(\text{HCl}) = 2$ моль/дм³, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки соляной кислотой с массовой долей 1 % и перемешивают.

7.7.6.2 Одновременно проводят контрольный опыт на чистоту реактивов, для этого в мерную колбу вместимостью 100 см³ помещают 10 см³ соляной кислоты молярной концентрации $c(\text{HCl}) = 2$ моль/дм³, доливают до метки раствором соляной кислоты с массовой долей 1 % и перемешивают.

7.7.6.3 Последовательность распыления в пламя газовой горелки градуировочных растворов, растворов анализируемых проб и контрольного опыта проводят в соответствии с программным обеспечением спектрометра.

Рекомендуемые длины аналитических линий приведены в таблице 9.

Т а б л и ц а 9 — Рекомендуемые длины аналитических линий

В нанометрах

Определяемый элемент	Длина аналитической линии
Цинк	213,9
Магний	285,2

Градуировочные графики получают, используя градуировочные растворы, приготовленные по 7.7.5.3.

По градуировочным графикам находят массовую концентрацию определяемого элемента в анализируемом растворе.

Абсорбцию растворов пробы и градуировочных растворов при длине волны в соответствии с таблицей 9, ширине щели не более 1,0 нм измеряют не менее двух раз, последовательно распыляя их в пламени ацетилен-воздух. Промывают распылительную систему водой, проверяют нулевую точку и стабильность градуировочного графика. Для проверки нулевой точки используют растворы контрольного опыта.

Для определения концентраций цинка и магния допускается использовать метод добавок.

7.7.7 Обработка результатов анализа

Массовую долю элемента X , %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(c_1 - c_2) \cdot V}{m} \cdot 100, \quad (6)$$

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.

Проверка приемлемости, вычисление окончательного результата измерений и оформление результатов измерений — в соответствии с 7.3.5, 7.3.6.

7.8 Определение хлоридов

7.8.1 Присутствие хлоридов определяют визуально-нефелометрическим методом по ГОСТ 10671.7 с дополнениями, изложенными в 7.8.3—7.8.4.

7.8.2 Сущность метода

Метод основан на образовании опалесценции хлористого серебра при взаимодействии ионов серебра и хлорид-ионов (Cl⁻).

7.8.3 Реактивы и растворы

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

7.8.3.2 Приготовление растворов, содержащих хлориды (хлорид-ионы)

Раствор массовой концентрацией хлорид-ионов 1 мг/см³ готовят по ГОСТ 4212.

Раствор А готовят непосредственно перед применением соответствующим разбавлением водой раствора массовой концентрацией хлорид-ионов 1 мг/см³.

1 см³ раствора А содержит 0,01 мг хлорид-ионов.

Раствор Б готовят непосредственно перед применением соответствующим разбавлением водой раствора А.

1 см³ раствора Б содержит 0,001 мг хлорид-ионов.

7.8.4 Проведение анализа

Навеску пробы 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, приливают 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, или 5 см³ раствора А для марки НС-1, что соответствует 0,05 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 или 0,05 мг для марки НС-1.

7.9 Определение массовых долей калия и натрия

7.9.1 Массовые доли калия и натрия определяют пламенно-фотометрическим методом в диапазонах измерения в соответствии с таблицей 10.

Т а б л и ц а 10 — Диапазоны измерений массовых долей калия и натрия

В процентах

Определяемый элемент	Диапазон измерений массовых долей				
	От		до		включ.
Калий	От	0,010	до	0,030	включ.
Натрий	От	0,03	до	0,30	включ.

7.9.2 Сущность метода

Метод основан на измерении и сравнении интенсивности излучения резонансных линий натрия и калия в пламени газозооной смеси при введении в него растворов анализируемых проб и растворов сравнения в виде аэрозоля.

Анализ проводят в пламени ацетилен-воздух или пропан-воздух с использованием монохроматора при длине волны 766,4 нм для определения массовой доли калия и 588,9 нм для определения массовой доли натрия.

Допускается определять массовую долю натрия, калия с использованием атомно-эмиссионного спектрометра с индуктивно связанной плазмой.

7.9.3 Характеристики показателей точности измерений

Показатель точности измерений массовой доли калия и натрия соответствует характеристикам, приведенным в таблице 11 (при $P = 0,95$).

Значения пределов повторяемости и воспроизводимости измерений для доверительной вероятности при $P = 0,95$ приведены в таблице 11.

Т а б л и ц а 11 — Значения показателя точности, пределов повторяемости и воспроизводимости измерений массовых долей натрия и калия при доверительной вероятности $P = 0,95$

В процентах

Определяемый элемент	Диапазон измерений массовой доли					Показатель точности $\pm\Delta$	Предел	
							повторяемости $r (n = 2)$	воспроизводимости R
Натрий	От	0,010	до	0,030	включ.	0,004	0,002	0,005
	Св.	0,10	»	0,30	»		0,04	0,03
Калий	От	0,03	до	0,10	включ.	0,01	0,01	0,02
	Св.	0,10	»	0,30	»		0,04	0,03

7.9.4 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы:

- фотометр пламенный любого типа, обеспечивающий измерение массовых долей примесей натрия и калия на длинах волн, приведенных в 7.9.2;
- весы лабораторные по ГОСТ 24104 или ГОСТ OIML R 76-1 высокого класса точности (II) с ценой деления (дискретностью отсчета) не более 0,01 г, с наибольшим пределом взвешивания 200 г;
- ацетилен растворенный технический по ГОСТ 5457;
- воздух сжатый по ГОСТ 17433;
- стаканы Н-1 (В-1)-250 ТХС по ГОСТ 25336;
- колбы мерные 2-100-2 по ГОСТ 1770;
- пипетки не ниже 2 класса точности по ГОСТ 29169 и ГОСТ 29227;
- воду дистиллированную по ГОСТ 6709;

- никель серноокислый, х.ч., по ГОСТ 4465, раствор серноокислого никеля массовой концентрации 0,1 г/см³, приготовленный по 7.7.4;

- калий хлористый, х.ч., по ГОСТ 4234 или стандартный образец (ГСО) состава водного раствора ионов калия;

- натрий хлористый, х.ч., по ГОСТ 4233 или стандартный образец (ГСО) состава водного раствора ионов натрия;

- растворы, содержащие по 0,2 мг калия и натрия в 1 см³, готовят соответствующим разбавлением растворов, содержащих калий или натрий, приготовленных по ГОСТ 4212 или из ГСО состава водных растворов ионов калия или натрия.

7.9.5 Проведение анализа

7.9.5.1 Приготовление растворов сравнения

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 приливают по 20 см³ раствора серноокислого никеля массовой концентрации 0,1 г/см³, доводят до метки водой и перемешивают.

Чистоту серноокислого никеля, используемого для приготовления растворов сравнения, проверяют на содержание калия и натрия методом добавок. В случае загрязнения серноокислого никеля указанными примесями их концентрации учитывают при построении градуировочного графика.

7.9.5.2 Подготовка пламенного фотометра

Подготовку пламенного фотометра к работе, построение и проверку приемлемости градуировочного графика проводят в соответствии с руководством по эксплуатации пламенного фотометра.

7.9.5.3 Навеску никеля серноокислого массой 2,0000 г помещают в стакан вместимостью 250 см³, растворяют в воде, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

Затем фотометрируют исследуемые растворы и растворы сравнения.

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

Массовые доли натрия и калия определяют по градуировочному графику.

После каждого измерения распыляют дистиллированную воду.

Проверка приемлемости, вычисление окончательного результата измерений и оформление результатов измерений — в соответствии с 7.3.5, 7.3.6.

7.10 Определение массовой доли мышьяка

7.10.1 Присутствие мышьяка определяют визуальным методом с применением бромнортутной бумаги по ГОСТ 10485 после предварительного отделения его соосаждением с гидроксидом железа с дополнениями.

7.10.2 Реактивы и растворы

Железо (III) хлорид 6-водный по ГОСТ 4147 и раствор треххлористого железа массовой концентрации 60 г/дм³.

Аммоний серноокислый по ГОСТ 3769 и раствор серноокислого аммония массовой концентрации 20 г/дм³.

7.10.3 Проведение анализа

Навеску пробы серноокислого никеля массой 25,00 г растворяют в 100 см³ воды, прибавляют 10 см³ раствора треххлористого железа, 10 г серноокислого аммония, раствор нагревают до температуры от 60 °С до 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 один-два раза горячим раствором серноокислого аммония. Осадок растворяют на фильтре раствором соляной кислоты с массовой долей 25 % и полученный раствор переводят в коническую колбу прибора. Приливают еще 10 см³ раствора соляной кислоты с массовой долей 25 %, разбавляют водой до объема 50 см³, прибавляют 1 см³ раствора двуххлористого олова и 5 г гранулированного цинка. Далее определение проводят по ГОСТ 10485.

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

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

8 Транспортирование и хранение

8.1 Технический серноокислый никель транспортируют железнодорожным и автомобильным транспортом в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими на транспорте данного вида.

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

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

8.2 Технический серноокислый никель хранят в закрытом складском помещении. Допускается хранение продукта в специализированных контейнерах на открытых площадках.

9 Гарантии изготовителя

9.1 Изготовитель гарантирует соответствие качества технического серноокислого никеля требованиям настоящего стандарта при соблюдении заказчиком условий хранения.

9.2 Гарантийный срок хранения — 24 мес со дня изготовления.

9.3 При необходимости технический серноокислый никель может быть использован по истечении гарантийного срока хранения при условии подтверждения соответствия его качества требованиям настоящего стандарта.

**Приложение А
(обязательное)**

Методика приготовления стандартных образцов для градуировки

А.1 Для спектрального анализа серноокислого никеля допускается использовать аттестованные в установленном порядке стандартные образцы любой категории.

Стандартные образцы для градуировки 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.

А.2 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, растворы

Весы лабораторные специального или высокого класса точности любого типа по ГОСТ 24104 или ГОСТ OIML R 76-1.

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

Ступка агатовая или яшмовая.

Чаши выпарительные из кварцевого стекла по ГОСТ 19908 или фарфоровые по ГОСТ 9147.

Колбы и стаканы из кварцевого стекла по ГОСТ 19908 или из химически и термически стойкого стекла по ГОСТ 23932.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709, дополнительно очищенная перегонкой или иным способом.

Кислота азотная особой чистоты по ГОСТ 11125 или ч.д.а. по ГОСТ 4461, перегнанная в кварцевом аппарате, разбавленная 1:1.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300 или ГОСТ 5962.

Никель марки Н-0 по ГОСТ 849 или порошок никелевый марки ПНК-0 по ГОСТ 9722.

Кобальт не ниже марки К1Ау по ГОСТ 123.

Порошок железный по ГОСТ 9849.

Магний марки Мг90 по ГОСТ 804.

Свинец не ниже марки С00 по ГОСТ 3778.

Кальций углекислый по ГОСТ 4530.

Примечания

1 Допускается применение других средств измерений, вспомогательных устройств и материалов, технические и метрологические характеристики которых не уступают указанным выше.

2 Допускается использование вместо металлов химических реактивов.

3 Допускается использование реактивов, изготовленных по другим нормативным документам, при условии обеспечения ими метрологических характеристик результатов измерений, приведенных в настоящем стандарте.

А.3 Приготовление стандартных образцов

Для каждого стандартного образца навеску никеля или никелевого порошка массой 10,0000 г растворяют при нагревании в азотной кислоте (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 таблице А.1, а количества вводимых примесей в миллиграммах в пересчете на 10 г никеля — в таблице А.2.

Т а б л и ц а А.1 — Состав стандартных образцов

Определяемый элемент	Массовая доля элемента в стандартном образце, % к никелю			
	Образец 1	Образец 2	Образец 3	Образец 4
Кобальт	0,1	0,2	0,5	1,0
Свинец	0,0005	0,001	0,002	0,005
Железо	0,002	0,005	0,01	0,02
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

Т а б л и ц а А.2 — Массы вводимых в стандартные образцы элементов

Вводимый элемент	Масса вводимого в стандартный образец элемента, мг на 10 г никеля			
	Образец 1	Образец 2	Образец 3	Образец 4
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

Растворы никеля с введенными примесями упаривают в кварцевых или фарфоровых чашках до сухих солей и прокаливают в муфельной печи при температуре (825 ± 25) °С до полного разложения нитратов и удаления оксидов 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.

Ключевые слова: технический серноокислый никель, химический состав, маркировка, упаковка, правила приемки, методы контроля, транспортирование, хранение

Редактор *З.Н. Киселева*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *Р.А. Ментова*
Компьютерная верстка *М.В. Лебедевой*

Подписано в печать 21.03.2023. Формат 60×84 $\frac{1}{8}$. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 3,26. Уч.-изд. л. 2,95. Тираж 15 экз. Зак. 668.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Издано и отпечатано в ФГБУ «Институт стандартизации»,
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru

Поправка к ГОСТ 2665—2021 Никель серноокислый технический. Технические условия

В каком месте	Напечатано	Должно быть		
Предисловие. Таблица согласования	—	Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан

(ИУС № 8 2022 г.)