ГОСТ 4465—74

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

РЕАКТИВЫ

НИКЕЛЬ (II) СЕРНОКИСЛЫЙ 7-ВОДНЫЙ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

Издание официальное

БЗ 9—2003

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

УДК 546.33'226—41:006.354 Группа Л51

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

Реактивы

НИКЕЛЬ (II) СЕРНОКИСЛЫЙ 7-ВОДНЫЙ

Технические условия

ГОСТ 4465—74

Reagents. Nickel (II) sulphate, 7-aqueous. Specifications

МКС 71.040.30
ОКП 26 2223 0350 04
26 2223 0360 02

Дата введения 01.01.75

Настоящий стандарт распространяется на 7-водный сернокислый никель, представляющий собой кристаллы изумрудно-зеленого цвета, растворимые в воде, выветривающиеся на воздухе.

Формула: $NiSO_4 \cdot 7H_2O$.

Относительная молекулярная масса (по международным атомным массам 1987 г.) — 280,86.

(Измененная редакция, Изм. № 3, 4).

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. 7-водный сернокислый никель (II) должен быть изготовлен в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1.2. По физико-химическим показателям 7-водный сернокислый никель (II) должен соответствовать нормам, указанным в табл. 1.

Таблица 1

Наименование показателя	Норма		
	Химически чистый (х. ч.) ОКП 26 2223 0353 01	Чистый для анализа (ч. д. а.) ОКП 26 2223 0352 02	Чистый (ч.) ОКП 26 2223 0351 03
1. Массовая доля 7-водного сернокислого никеля (II) ($NiSO_4 \cdot 7H_2O$), %, не менее	98	98	97
2. Массовая доля нерастворимых в воде веществ, %, не более	0,005	0,005	0,02
3. Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более	0,001	0,002	0,01
4. Массовая доля общего азота (N), %, не более	0,001	0,005	Не нормируется
5. Массовая доля суммы калия, натрия, кальция и магния (K + Na + Ca + Mg), %, не более	0,01	0,02	0,2

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

© Издательство стандартов, 1974
© ИПК Издательство стандартов, 2004

Продолжение табл. 1

Наименование показателя	Норма		
	Химически чистый (х. ч.) ОКП 26 2223 0353 01	Чистый для анализа (ч. д. а.) ОКП 26 2223 0352 02	Чистый (ч.) ОКП 26 2223 0351 03
6. Массовая доля калия (K), %, не более	0,0005	Не нормируется	
7. Массовая доля натрия (Na), %, не более	0,002	»	
8. Массовая доля кальция (Ca), %, не более	0,005	»	
9. Массовая доля магния (Mg), %, не более	0,002	»	
10. Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,0005	0,0005	0,003
11. Массовая доля кобальта (Co), %, не более	0,001	0,001	0,10
12. Массовая доля цинка (Zn), %, не более	0,002	0,002	0,01
13. Массовая доля меди (Cu), %, не более	0,001	0,001	0,002
14. Массовая доля свинца (Pb), %, не более	0,001	0,001	0,001
15. Массовая доля кадмия (Cd), %, не более	0,001	0,002	Не нормируется
16. pH раствора препарата с массовой долей 5 %	4—6	4—6	»

Примечания:

1. Для препарата с массовой долей кобальта 0,0005 % и менее к его квалификации прибавляют слова: «без кобальта».

2. Для препарата х. ч. без кобальта массовая доля нерастворимых в воде веществ должна быть не более 0,003 %, для препарата ч. без кобальта массовая доля общего азота должна быть не более 0,005 %.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

1.3. Коды ОКП 7-водного сернокислого никеля (II) без кобальта приведены в табл. 1а.

Таблица 1а

Квалификация	Код ОКП
1. Химически чистый без кобальта (х. ч. без кобальта)	26 2223 0363 10
2. Чистый для анализа без кобальта (ч. д. а. без кобальта)	26 2223 0362 00
3. Чистый без кобальта (ч. без кобальта)	26 2223 0361 01

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2а. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2а.1. 7-водный сернокислый никель (II) является кристаллическим веществом. При попадании внутрь организма человека оказывает канцерогенное и общетоксичное действие. При попадании на кожу и слизистые оболочки верхних дыхательных путей и глаз продукт действует раздражающе и вызывает повышенную чувствительность к никелю.

2а.2. При растворении 7-водного сернокислого никеля (II) в воде образуется гидроаэрозоль, который по степени воздействия на организм по ГОСТ 12.1.007 относится к веществам 1-го класса опасности.

Предельно допустимая концентрация гидроаэрозоля 7-водного сернокислого никеля в пересчете на никель в воздухе рабочей зоны — 0,005 мг/м^3.

Содержание гидроаэрозоля 7-водного сернокислого никеля в воздухе рабочей зоны производственных помещений определяют методами, утвержденными органами здравоохранения.

Предельно допустимая концентрация иона никеля в воде водоемов санитарно-бытового пользования — 0,1 мг/дм^3.

Определение никеля в воде проводится колориметрическим или другими методами, не уступающими по точности колориметрическому, утвержденными в установленном порядке.

(Измененная редакция, Изм. № 4).

2а.3. Обезвреживанию и уничтожению 7-водный сернокислый никель не подлежит. Просыпавшийся продукт после сухой и последующей влажной уборки утилизируют в технологических процессах получения или потребления сернокислого никеля.

2а.4. В воздушной среде и сточных водах сернокислый никель токсичных веществ не образует.

2а.5. 7-водный сернокислый никель (II) не горюч, пожаро- и взрывобезопасен.

2а.6. Все работающие с 7-водным сернокислым никелем должны быть обеспечены специальной одеждой, специальной обувью и другими средствами защиты.

Для защиты органов дыхания должен применяться респиратор ШБ-1 «Лепесток» по ГОСТ 12.4.028. Во избежание контакта 7-водного сернокислого никеля с кожей рук рекомендуется пользоваться защитной пастой ИЭР-2 и ланолиново-касторовой мазью.

При попадании 7-водного сернокислого никеля в глаза их следует промыть обильным количеством воды.

2а.7. Производственные и лабораторные помещения, в которых проводится работа с 7-водным сернокислым никелем, должны быть оборудованы приточно-вытяжной вентиляцией, оборудование должно быть герметизировано.

Контроль за состоянием воздушной среды — по ГОСТ 12.1.007.

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

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Правила приемки — по ГОСТ 3885.

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

3.1а. Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025.

При взвешивании применяют лабораторные весы общего назначения типов ВЛР-200 г и ВЛКТ-500 г или ВЛЭ-200 г.

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

Допускается проводить анализ методами, изложенными в ГОСТ 2665.

При разногласиях в результатах анализов анализ проводят по методикам настоящего стандарта.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

3.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885. Масса средней пробы должна быть не менее 160 г.

3.2. Определение массовой доли 7-водного сернокислого никеля (II)

3.2.1. Проведение анализа

Определение проводят по ГОСТ 10398. При этом около 0,4000 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3, растворяют в 100 см^3 воды и далее определение проводят по ГОСТ 10398. Для установки коэффициента молярности раствора ди-Na-ЭДТА используют никель марки Н-1.

3.1—3.2.1. **(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).**

3.2.2 Обработка результатов

Массовую долю 7-водного сернокислого никеля (II) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot 0{,}1404 \cdot 100}{m} - X_1 \cdot 4{,}76 ,$$

где V — объем раствора ди-Na-ЭДТА молярной концентрации точно 0,05 моль/дм^3, израсходованный на титрование, см^3;

m — масса навески препарата, г;

X_1 — массовая доля кобальта, определенная, как указано в п. 3.7, %;

4,76 — коэффициент пересчета массы кобальта на массу сернокислого никеля;

0,01404 — масса 7-водного сернокислого никеля (II), соответствующая 1 см³ раствора ди-Na-ЭДТА молярной концентрации точно 0,05 моль/дм³, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,3 %.

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

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3, 4).

3.3. Определение массовой доли нерастворимых в воде веществ

3.3.1. Аппаратура и реактивы

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Стакан Н-1 — 600 ТХС по ГОСТ 25336.

Тигель типа ТФ с фильтром класса ПОР 10 или ПОР 16 по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1—500—2 по ГОСТ 1770.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 4).

3.3.2. 33,00 г препарата химически чистый без кобальта или по 20,00 г препаратов химически чистый, чистый для анализа и чистый помещают в стакан и растворяют при перемешивании в 500 см³ горячей воды. Затем раствор фильтруют через фильтрующий тигель, предварительно высушенный до постоянной массы и взвешенный (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака). Остаток на фильтре промывают 200 см³ горячей воды и сушат в сушильном шкафу при 105—110 °С до постоянной массы.

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

для препарата химически чистый без кобальта — 1,0 мг;

для препарата химически чистый — 1,0 мг;

для препарата чистый для анализа — 1,0 мг;

для препарата чистый — 4,0 мг.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ± 30 % для препаратов химически чистый без кобальта, химически чистый и чистый для анализа и ± 20 % для препарата чистый при доверительной вероятности $P = 0,95$.

Допускается для препарата химически чистый без кобальта проводить анализ из навески 20,00 г, при этом масса остатка после высушивания не должна превышать 0,6 мг.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3, 4).

3.4. Определение массовой доли хлоридов

Определение проводят по ГОСТ 10671.7 визуально-нефелометрическим методом (способом 2). При этом 1,00 г препарата растворяют в 30 см³ воды. Если раствор мутный, его фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента», промытый горячим раствором азотной кислоты с массовой долей 1 %. Далее определение проводят по ГОСТ 10671.7.

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

для препарата химически чистый — 0,010 мг Cl;

для препарата чистый для анализа — 0,020 мг Cl;

для препарата чистый — 0,100 мг Cl

и 30 см³ раствора сернокислого никеля, не содержащего хлоридов, 1 см³ раствора азотнокислого серебра.

Раствор 7-водного сернокислого никеля (II), не содержащего хлоридов, готовят следующим образом: 5,00 г препарата помещают в стакан В-1 — 250 ТХС (ГОСТ 25336) с меткой на 150 см³, растворяют в 100 см³ воды, прибавляют 10 см³ раствора азотной кислоты, 5 см³ раствора азотнокислого серебра, доводят объем раствора водой до метки, перемешивают и выдерживают 18—20 ч. Затем раствор фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента», трижды промытый горячим раствором азотной кислоты с массовой долей 1 %.

(Измененная редакция, Изм. № 4).

3.5. Определение массовой доли общего азота

Определение проводят по ГОСТ 10671.4 фотометрическим методом. При этом 1,00 г препарата помещают в колбу прибора для отделения аммиака дистилляцией, растворяют в 45 см³ воды и далее определение проводят по ГОСТ 10671.4.

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

для препарата химически чистый — 0,01 мг,

для препарата чистый для анализа — 0,05 мг,

для препарата чистый без кобальта — 0,05 мг.

3.4, 3.5. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3).**

3.6. Определение массовой доли калия, натрия и кальция

3.6.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотометр пламенный или атомно-абсорбционный спектрофотометр любого типа, обеспечивающий измерение массовой доли калия в интервале от 0,0002 до 0,001 %, натрия и кальция — от 0,001 до 0,01 %.

Горелка.

Распылитель.

Колбы 2—50—2 и 2—100—2 по ГОСТ 1770.

Пипетки 1(2)—1(2)—5(10, 25) по ГОСТ 29227.

Пипетка 2—2—50 по ГОСТ 29169.

Пропан-бутан (в баллонах) или метан.

Ацетилен растворимый и газообразный технический по ГОСТ 5457.

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

Воздух сжатый для питания контрольно-измерительных приборов.

Никель (II) сернокислый 7-водный по настоящему стандарту, не содержащий примесей натрия, калия и кальция, или с их минимальным содержанием, найденным методом добавок.

Растворы, содержащие 1 мг/см^3 Na, K и Ca, готовят по ГОСТ 4212; соответствующим разбавлением получают раствор, содержащий 0,1 мг/см^3 натрия и кальция (раствор А); 0,01 мг/см^3 калия (раствор Б); раствор, содержащий 1 мг/см^3 натрия, кальция (раствор В), или Государственные стандартные образцы (ГСО) состава водных растворов катионов калия, натрия, кальция с массовой концентрацией 1,0 мг/см^3.

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

(Измененная редакция, Изм. № 3, 4).

3.6.2. Подготовка к анализу

3.6.2.1. Приготовление анализируемого раствора

2,50 г препарата помещают в мерную колбу вместимостью 50 см^3, растворяют в воде, доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают.

3.6.2.2. Приготовление растворов сравнения

Для приготовления каждого раствора сравнения 5,00 г 7-водного сернокислого никеля (II), не содержащего определяемых примесей, или с известным их содержанием помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, растворяют в воде и добавляют указанные в табл. 2 объемы растворов А, Б и В. Объем каждого раствора доводят водой до метки и тщательно перемешивают.

Таблица 2

Номер раствора сравнения	Объем раствора, см^3			Масса каждого элемента (Na, K, Ca), введенного в 100 см^3 раствора сравнения, мг			Массовая доля Na, K и Ca в растворе сравнения в пересчете на препарат, %		
	А	Б	В	Na	K	Ca	Na	K	Ca
1	—	—	—	—	—	—	—	—	—
2	0,5	1,0	—	0,05	0,01	0,05	0,001	0,0002	0,001
3	1,0	2,5	—	0,10	0,025	0,10	0,002	0,0005	0,002
4	5,0	5,0	—	0,50	0,050	0,50	0,01	0,001	0,01
5	—	10,0	2,5	2,50	0,10	2,50	0,05	0,002	0,05
6	—	25,0	5,0	5,0	0,250	5,0	0,10	0,005	0,10
7	—	50,0	10,0	10,0	0,50	10,0	0,20	0,010	0,20

3.6.2.3. Проведение анализа

Для анализа берут не менее двух навесок препарата.

Анализ проводят при определении калия и натрия в воздушно-метановом, пропан-бутановом или ацетиленовом пламени, при определении кальция — в ацетиленовом пламени.

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

После подготовки прибора в соответствии с прилагаемой к нему инструкцией по эксплуатации проводят фотометрирование анализируемых растворов и растворов сравнения в порядке возрастания содержания примесей. Затем проводят фотометрирование в обратной последовательности и вычисляют среднее арифметическое значение интенсивности излучения для каждого раствора, учитывая в качестве поправки отсчет, полученный при фотометрировании первого раствора. Допускается проводить определение методом ограничивающих стандартных растворов.

3.6.2.4. Обработка результатов

По полученным данным для растворов сравнения строят градуировочный график, откладывая значение интенсивности излучения на оси ординат, массовую долю примесей калия, натрия, кальция в пересчете на препарат — на оси абсцисс.

Массовую долю каждой примеси в препарате находят по графику.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.6.3. Проведение анализа

2,50 г препарата помещают в мерную колбу вместимостью 50 см³, растворяют в воде, перемешивают, доводят объем раствора водой до метки и снова перемешивают.

Для анализа берут не менее двух навесок препарата.

Анализ проводят при определении калия и натрия в метановом или пропан-бутановом пламени, при определении кальция — в ацетиленовом пламени.

Определение проводят методом ограничивающих стандартных растворов, используя при этом следующие аналитические линии, нм:

натрия — 589,0—589,6;

калия — 766,5;

кальция — 422,7.

Рабочий режим установки выбирают, используя оптимальные условия работы для каждого элемента схемы.

Не рекомендуется работать при ширине выходной щели больше чем 0,05 мм для ИСП-51 и 0,1 мм для УМ-2.

Массовую долю натрия, калия и кальция находят по градуировочному графику.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 20 %.

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

(Измененная редакция, Изм. № 3).

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

3.7.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрограф ИСП-30 с трехлинзовой системой освещения щели, трехступенчатый ослабитель.

Генератор дуги переменного тока ДГ-2.

Выпрямитель ВАЗ-270—30.

Микрофотометр МФ-2, МФ-4 или ИФО-460.

Спектропроектор ПС-18 или СПП-2.

Графитовые электроды для спектрального анализа марки В-3 диаметром 6 мм; верхний электрод диаметром 6 мм, заточенный на конус нижний электрод диаметром 6 мм с цилиндрическим каналом диаметром 4 мм и глубиной 8 мм или диаметром 3 мм и глубиной 6 мм; допускается применение нижних электродов с цилиндрическим каналом других размеров (диаметра и глубины).

Графит порошковый особой чистоты по ГОСТ 23463.

Фотопластинки спектральные типа ЭС чувствительностью 10 относительных единиц и спектральные типа II чувствительностью 15—18 относительных единиц.

Весы торсионные ВТ-500 с ценой деления 1 мг.

Проявитель метолгидрохиноновый.

Фиксаж быстродействующий.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300, высшего сорта.

Железо (III) окись ос. ч. 2—4.
Кобальт (II, III) оксид ос. ч. 9—2.
Магний окись ос. ч. 11—2.
Медь (II) оксид порошок ос. ч. 9—2.
Никель (II) окись.
Свинец (II) оксид, х. ч.
Кадмий оксид по ГОСТ 11120, х. ч.
Цинк (II) окись ос. ч. 14—2.
Ступка из оргстекла или яшмы.
Тигель фарфоровый по ГОСТ 9147.
Чаша кварцевая по ГОСТ 19908.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3, 4).

3.7.2. Приготовление образцов сравнения

Основной образец сравнения с массовой долей 1 % каждой определяемой примеси (в пересчете на анализируемую пробу) готовят, тщательно растирая в течение 2 ч в ступке из оргстекла или яшмы под слоем этилового спирта, следующие вещества (с учетом коэффициента 3,76):

порошкового графита (основа) — 1,311 г;
окиси железа (III) — 0,108 г;
оксида свинца (II) — 0,081 г;
порошка оксида меди (II) — 0,094 г;
оксида кобальта (II, III) — 0,102 г;
окиси цинка (II) — 0,093 г;
окиси магния — 0,125 г;
оксида кадмия — 0,086.

Остальные образцы сравнения с массовой долей примесей $1 \cdot 10^{-1}$ %; $1 \cdot 10^{-2}$ %; $2{,}5 \cdot 10^{-3}$ %; $1 \cdot 10^{-3}$ %; $5 \cdot 10^{-4}$ % готовят последовательным разбавлением порошковым графитом каждого предыдущего образца сравнения в соответствующее число раз. К 0,05 г образца сравнения добавляют 0,05 г окиси никеля (II), не содержащего определяемых примесей, тщательно перемешивают на кальке и помещают в кратер графитового электрода. Если в образце окиси никеля (II), добавленном к образцам сравнения, содержатся незначительные количества примесей определяемых элементов, то их находят методом добавок и учитывают при построении градуировочных графиков.

Допускается образцы сравнения готовить из растворов, содержащих 1 мг/см^3 Fe, Pb, Cu, Co, Zn, Mg, Cd; готовят по ГОСТ 4212.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 4).

3.7.3. Подготовка пробы к анализу

1,00 г препарата помещают в кварцевую чашу или фарфоровый тигель, высушивают на электроплитке и затем прокаливают в муфельной печи при 850—900 °С в течение 1 ч.

Полученную окись никеля (II) растирают в ступке в течение 10 мин. Затем 0,05 г окиси никеля (II) тщательно перемешивают с 0,05 г порошкового графита на кальке или в ступке из органического стекла и помещают в кратер графитового электрода.

Допускается внесение смеси 1:1 окиси никеля (II) с порошковым графитом по объему цилиндрического канала без взвешивания.

Рекомендуемые условия анализа

Сила тока, А	8—9
Ширина щели, мм	0,015
Высота промежуточной диафрагмы, мм	5
Время экспозиции, с	45.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

3.7.4. Проведение анализа

Электроды с анализируемыми пробами и образцами сравнения непосредственно перед анализом подсушивают под инфракрасной лампой или в сушильном шкафу при 80—90 °С 20—25 мин и затем, используя их в качестве анода, зажигают дугу постоянного тока.

Кассету заряжают двумя фотопластинками: для области спектра 460,0—320,0 нм — типа ЭС, для области спектра 320,0—220,0 нм — типа II.

На одной фотопластинке в одинаковых условиях фотографируют по три раза спектры проб и образцов сравнения. Каждый раз ставят новую пару электродов. Перед зажиганием дуги щель при анализе открывают.

Фотопластинки проявляют, фиксируют, сушат. Затем на микрофотометре фотометрируют следующие линии определяемых элементов по подходящей ступени ослабителя:

Cu — 324,7 нм;
Pb — 283, 31 нм;
Fe — 302,0 нм или 259,94 нм;
Co — 242,49 нм;
Zn — 334,56 нм;
Cd — 226,502 нм;
Mg — 279,55 нм или 277,98 нм.

Пользуясь логарифмической шкалой, находят почернение линий определяемых элементов и соседнего фона ($S_ф$); затем находят среднее арифметическое значение разности почернений $\Delta S = S_{э+ф} - S_ф$ для каждого определяемого элемента в пробе и образцах сравнения.

По полученным данным для образцов сравнения строят градуировочные графики в координатах $\Delta S - \lg C$. На оси абсцисс откладывают логарифмы концентраций $\lg C$, а на оси ординат — почернение линий ΔS.

Массовую долю каждой примеси находят по градуировочному графику.

Отсутствие почернений (или наличие аналитических линий, не превышающих 0,05—0,1 единиц почернения) свидетельствует о том, что массовая доля примеси меньше нормируемой.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 50 %.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ± 25 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3).

3.8. Определение pH раствора препарата с массовой долей 5 %

5,00 г препарата помещают в колбу Кн-2—250—34 ТХС (ГОСТ 25336), растворяют в 95 см³ дистиллированной воды, не содержащей углекислоты (ГОСТ 4517), перемешивают и измеряют pH раствора на универсальном ионометре ЭВ-74.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,1 единицы pH.

Допускаемая суммарная погрешность результата анализа ± 0,1 единицы pH при доверительной вероятности $P = 0,95$.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3, 4).

4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

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

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

Группа фасовки: IV, V, VI, VII.

Для тары типов II—1, II—4, II—6 допускается увеличивать массу нетто единицы упаковки до 50 кг и вместе прошивать горловины бумажного и полиэтиленового мешков.

Препарат, упакованный в мешки, формируют в транспортные пакеты по ГОСТ 26663.

Маркировка, характеризующая транспортную опасность, — по ГОСТ 19433 (класс 9, подкласс 9.1, номер чертежа 9, классификационный шифр 9153).

На транспортную тару наносят манипуляционный знак «Беречь от влаги» по ГОСТ 14192, с потребительской тарой 2—1, 2—2, 2—4 — манипуляционные знаки: «Хрупкое. Осторожно», «Верх» и «Беречь от влаги».

4.2. Транспортирование и хранение — по ГОСТ 3885.

Железнодорожным транспортом упакованный препарат транспортируют в крытых вагонах повагонными и мелкими отправками в соответствии с Правилами перевозок опасных грузов по железным дорогам на условиях аналога — «меди сульфат».

4.1, 4.2. **(Измененная редакция, Изм. № 4).**

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

5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

5.1. Изготовитель гарантирует соответствие 7-водного сернокислого никеля (II) требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

5.2. Гарантийный срок хранения препарата — три года со дня изготовления (в таре II—1, II—4, II—6 — шесть месяцев со дня изготовления).

Разд. 4, 5. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

Разд. 6. **(Исключен, Изм. № 2).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров от 09.03.74 № 1950

Изменение № 4 принято Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 22 от 06.11.2002)

За принятие изменения проголосовали национальные органы по стандартизации следующих государств: AZ, AM, BY, KZ, KG, MD, RU, TJ, TM, UZ, UA [коды альфа-2 по МК (ИСО 3166) 004]

3. ВЗАМЕН ГОСТ 4465—61

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 12.1.007—76	2а.2; 2а.7	ГОСТ 10671.7—74	3.4
ГОСТ 12.4.028—76	2а.6	ГОСТ 11120—75	3.7.1
ГОСТ 1770—74	3.3.1; 3.6.1	ГОСТ 14192—96	4.1
ГОСТ 2665—86	3.1а	ГОСТ 18300—87	3.7.1
ГОСТ 3885—73	2.1; 3.1; 4.1; 4.2	ГОСТ 19433—88	4.1
ГОСТ 4212—76	3.6.1; 3.7.2	ГОСТ 19908—90	3.7.1
ГОСТ 4517—87	3.8	ГОСТ 23463—79	3.7.1
ГОСТ 5457—75	3.6.1	ГОСТ 25336—82	3.3.1; 3.4; 3.8
ГОСТ 6709—72	3.3.1; 3.6.1	ГОСТ 26663—85	4.1
ГОСТ 9147—80	3.7.1	ГОСТ 27025—86	3.1а
ГОСТ 10398—76	3.2.1	ГОСТ 29169—91	3.6.1
ГОСТ 10671.4—74	3.5	ГОСТ 29227—91	3.6.1

5. Ограничение срока действия снято Постановлением Госстандарта от 20.02.92 № 172

6. ИЗДАНИЕ (январь 2004 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, 4, утвержденными в августе 1975 г., июне 1987 г., феврале 1992 г., апреле 2003 г. (ИУС 9—75, 10—87, 5—92, 8—2003)

Редактор *М.И. Максимова*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *Р.А. Ментова*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 18.02.2004. Подписано в печать 12.03.2004. Усл.печ.л. 1,40. Уч.-изд.л. 1,15.
Тираж 220 экз. С 1108. Зак. 277.

ИПК Издательство стандартов, 107076 Москва, Колодезный пер., 14.
http: //www.standards.ru e-mail: info@standards.ru
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Отпечатано в филиале ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", 105062 Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

Изменение № 4 ГОСТ 4465—74 Реактивы. Никель (II) сернокислый 7-водный. Технические условия

Принято Евразийским советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 22 от 06.11.2002)

Зарегистрировано Бюро по стандартам № 4289

За принятие изменения проголосовали национальные органы по стандартизации следующих государств: AZ, AM, BY, KZ, KG, MD, RU, TJ, TM, UZ, UA [коды альфа-2 по МК (ИСО 3166) 004]

Вводная часть. Третий абзац. Заменить дату: 1985 г. на 1987 г.;

четвертый абзац исключить.

Пункт 2а.2. Третий абзац. Заменить слова: «Минздравом СССР» на «органами здравоохранения».

Пункт 3.2.2. Формула. Экспликацию после слова «ди-Na-ЭДТА» дополнить словом: «молярной» (2 раза).

Пункт 3.3.1. Последний абзац изложить в новой редакции:

«Цилиндр 1—500—2 по ГОСТ 1770—74».

Пункт 3.3.2. Последний абзац. Заменить слова: «не будет» на «не должна».

Пункт 3.4. Второй абзац. Заменить слово: «требованиями» на «требованиям».

Пункт 3.6.1. Первый абзац изложить в новой редакции:

«Фотометр пламенный или атомно-абсорбционный спектрофотометр любого типа, обеспечивающий измерение массовой доли калия в интервале от 0,0002 до 0,001 %, натрия и кальция — от 0,001 до 0,01 %»;

четвертый абзац. Исключить слово: «мерные»;

пятый абзац изложить в новой редакции:

«Пипетки 1(2)—1(2)—5(10, 25) по ГОСТ 29227—91»;

дополнить абзацем (после пятого):

«Пипетка 2—2—50 по ГОСТ 29169—91»;

(Продолжение см. с. 6)

предпоследний абзац дополнить словами: «или Государственные стандартные образцы (ГСО) состава водных растворов катионов калия, натрия, кальция с массовой концентрацией 1,0 мг/см^3».

Пункт 3.7.1. Девятнадцатый абзац. Заменить слова: «Кадмий окись» на «Кадмий оксид».

Пункт 3.7.2. Девятый абзац. Заменить слова: «окиси кадмия» на «оксида кадмия».

Пункт 3.8. Второй, последний абзацы. Заменить значение: 0,1 pH на «0,1 единицы pH»;

последний абзац. Заменить слово: «Допускается» на «Допускаемая».

Пункт 4.1 дополнить абзацами:

«Препарат, упакованный в мешки, формируют в транспортные пакеты по ГОСТ 26663—85.

Маркировка, характеризующая транспортную опасность, — по ГОСТ 19433—88 (класс 9, подкласс 9.1, номер чертежа 9, классификационный шифр 9153).

На транспортную тару наносят манипуляционный знак «Беречь от влаги» по ГОСТ 14192—96, с потребительской тарой 2—1, 2—2, 2—4 — манипуляционные знаки: «Хрупкое. Осторожно», «Верх» и «Беречь от влаги».

Пункт 4.2 изложить в новой редакции:

«4.2. Транспортирование и хранение — по ГОСТ 3885—73.

Железнодорожным транспортом упакованный препарат транспортируют в крытых вагонах повагонными и мелкими отправками в соответствии с Правилами перевозок опасных грузов по железным дорогам на условиях аналога — «меди сульфат».

Раздел «Информационные данные». Пункт 5. Таблицу дополнить ссылками и номерами пунктов: ГОСТ 14192—96, 4.1; ГОСТ 19433—88, 4.1; ГОСТ 26663—85, 4.1; ГОСТ 29169—91, 3.6.1; ГОСТ 29227—91, 3.6.1; для ГОСТ 3885—73 дополнить ссылкой: 4.2.

(ИУС № 8 2003 г.)