

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

РЕАКТИВЫ

**МАРГАНЕЦ (II) ХЛОРИСТЫЙ
4-ВОДНЫЙ**

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

Издание официальное

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

Реактивы

МАРГАНЕЦ (II) ХЛОРИСТЫЙ 4-ВОДНЫЙ

Технические условия

ГОСТ
612—75

Reagents. 4-aqueous manganese chloride (II).

Specifications

ОКП 26 2215 0070 05

Дата введения 01.01.76

Настоящий стандарт распространяется на 4-водный марганец (II), представляющий собой кристаллический порошок бледно-розового цвета, хорошо растворимый в воде, гигроскопичен.

Формула $\text{MnCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$.

Молекулярная масса (по международным атомным массам 1971 г.) — 197,90.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. 4-водный хлористый марганец (II) должен быть изготовлен в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

1.2. По физико-химическим показателям 4-водный хлористый марганец (II) должен соответствовать нормам, указанным в табл. 1.

Таблица 1

Наименование показателя	Норма	
	Чистый для анализа (ч.д.а.) ОКП 26 2215 0072 03	Чистый (ч.) ОКП 26 2215 0071 04
1. Массовая доля 4-водного хлористого марганца (II) ($\text{MnCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$), %, не менее	99,0	98,0
2. Массовая доля нерастворимых в воде веществ, %, не более	0,003	0,010
3. Массовая доля сульфатов (SO_4), %, не более	0,005	0,020
4. Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,0002	0,0010
5. Массовая доля свинца (Pb), %, не более	0,0003	0,0005
6. Массовая доля меди (Cu), %, не более	0,0002	0,0005
7. Массовая доля цинка (Zn), %, не более	0,0002	0,0050
8. Массовая доля кальция (Ca), %, не более	0,005	0,020
9. Массовая доля суммы натрия и калия (Na+K), %, не более	0,006	0,030
10. Массовая доля веществ, восстанавливающих марганцовокислый калий (O), %, не более	0,0005	0,0010
11. pH 5 %-ного раствора препарата	5—6	5—6

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

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

2а. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2а.1. 4-водный хлористый марганец (II) относится к веществам 2-го класса опасности (ГОСТ 12.1.007). Предельно допустимая концентрация его в воздухе рабочей зоны в пересчете на MnO_2 — 0,3 мг/м³. При увеличении предельно допустимой концентрации продукт токсичен, действует на центральную нервную систему.

2а.2. При работе с препаратом следует применять индивидуальные средства защиты, а также соблюдать правила личной гигиены.

Не допускать попадания препарата внутрь организма.

2а.3. Помещения, в которых проводятся работы с препаратом, должны быть оборудованы общей приточно-вытяжной механической вентиляцией. Анализ препарата следует проводить в вытяжном шкафу лаборатории.

Разд. 2а. (Введен дополнительно, Изм. № 1).

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Правила приемки — по ГОСТ 3885.

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

3.1а. Общие указания по проведению анализа — по нормативно-техническому документу (НТД). (Введен дополнительно, Изм. № 1).

3.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885.

Масса средней пробы не должна быть менее 600 г.

3.2. Определение массовой доли 4-водного хлористого марганца (II)

Определение проводят по ГОСТ 10398.

При этом около 0,3000 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, растворяют в 100 см³ воды и далее определение проводят комплексонометрическим методом.

Масса 4-водного хлористого марганца (II), соответствующая 1 см³ раствора трилона Б концентрации точно c (ди-Na-ЭДТА) = 0,05 моль/дм³ (0,05 М), равна 0,009895.

3.1; 3.2. (Измененная редакция, Изм. № 1).

3.2.1—3.2.3. (Исключены, Изм. № 1).

3.3 Определение массовой доли нерастворимых в воде веществ

3.3.1. *Реактивы и растворы:*

вода дистиллированная по ГОСТ 6709;

кислота соляная по ГОСТ 3118, 25 %-ный раствор;

водорода перекись по ГОСТ 10929;

тигель фильтрующий ТФ ПОР10 или ТФ ПОР16 по ГОСТ 25336;

бумага индикаторная универсальная.

3.3.2. *Проведение анализа*

50,00 г препарата помещают в стакан вместимостью 250—300 см³, растворяют в 200 см³ воды, прибавляют по каплям раствор соляной кислоты до pH 3 (определяют по универсальной индикаторной бумаге) и 0,15 см³ перекиси водорода.

Стакан накрывают часовым стеклом и нагревают в течение 1 ч на кипящей водяной бане. Затем раствор фильтруют через фильтрующий тигель, предварительно высушенный до постоянной массы и взвешенный с точностью до четвертого десятичного знака. Остаток на фильтре промывают 100 см³ горячей воды и сушат в сушильном шкафу при 105—110 °С до постоянной массы.

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

для препарата чистый для анализа — 1,5 мг;

для препарата чистый — 5 мг.

3.3.1; 3.3.2. (Измененная редакция, Изм. № 1).

3.4. Определение массовой доли сульфатов

Определение проводят по ГОСТ 10671.5. При этом 0,50 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 50—100 см³, растворяют в 25 см³ воды, при наличии розовой окраски к раствору

добавляют 0,03—0,05 см³ перекиси водорода по ГОСТ 10929 и далее определение проводят фототурбидиметрическим методом.

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

для препарата чистый для анализа — 0,025 мг;

для препарата чистый — 0,1 мг.

Допускается заканчивать определение визуально.

При разногласиях в оценке массовой доли сульфатов анализ заканчивают фотометрически.

3.5. Определение массовой доли железа

Определение проводят по ГОСТ 10555.

При этом 1,00 г препарата помещают в мерную колбу вместимостью 50 см³, растворяют в 20 см³ воды и далее определение проводят роданидным методом с предварительным окислением железа надсернистым аммонием.

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

для препарата чистый для анализа — 0,002 мг;

для препарата чистый — 0,01 мг.

Допускается заканчивать определение визуально.

При разногласиях в оценке массовой доли железа анализ заканчивают фотометрически.

3.4; 3.5. (Измененная редакция, Изм. № 1).

3.6. Определение массовой доли свинца и меди

3.6.1. Приборы, реактивы и растворы:

мешалка магнитная с магнитом в полиэтиленовой изоляции;

полярограф регистрирующий;

электрод графитовый;

ячейка электролитическая с насыщенным каломельным электродом;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709;

азот газообразный и жидкий по ГОСТ 9293, очищенный от кислорода;

аргон газообразный и жидкий по ГОСТ 10157, очищенный от кислорода;

растворы, содержащие свинец, медь и ртуть (II), готовят по ГОСТ 4212;

соответствующим разбавлением готовят растворы с концентрацией свинца и меди 0,01 мг/см³.

3.6.2. Проведение анализа

1,00 г препарата помещают в колбу вместимостью 50 см³, растворяют в 20 см³ воды. Содержимое переносят в электролитическую ячейку, туда же вводят 0,4 см³ раствора ртути. Раствор освобождают от растворенного кислорода, барботируя инертный газ в течение 7—10 мин. Присоединяют электроды к полярографу (графитовый электрод — катод), включают мешалку и проводят электролиз перемешиваемого раствора при потенциале (—1,0) В в течение 1 мин. Выключают мешалку и через 30 с регистрируют поляризационную кривую в области потенциалов (—1,0) — (0,0) В при визуально подобранной чувствительности полярографа. Максимальные токи электро растворения свинца и меди наблюдают соответственно в области потенциалов (—0,50) — (—0,45) В и (—0,25) — (—0,20) В.

Массовую долю свинца и меди в анализируемой пробе определяют методом добавок, для чего в анализируемый раствор добавляют 0,3 см³ раствора свинца и 0,2 см³ раствора меди с концентрацией свинца и меди 0,01 мг/см³ и повторяют определение в тех же условиях.

3.6.3. Обработка результатов

Массовую долю свинца и меди в пробе (X_1) в процентах рассчитывают по формуле

$$X_1 = \frac{h}{h_1 - h} \cdot \frac{C \cdot 100}{m \cdot 1000},$$

где h_1 — высота пика свинца (меди) в анализируемом растворе, мм;

h — высота пика свинца (меди) в анализируемом растворе с добавкой, мм;

C — масса свинца (меди), добавленная в анализируемый раствор, мг;

m — масса навески препарата, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми при доверительной вероятности $P = 0,95$ не должны превышать 15 % относительно вычисляемой концентрации.

3.6.1—3.6.3. (Измененная редакция, Изм. № 1).

3.7. Определение массовой доли цинка

3.7.1. Приборы, реактивы и растворы:

спектрограф типа ИСП-28 или ИСП-30 с однолинейной системой освещения и трехступенчатым ослабителем;
 выпрямитель типа ВАЗ 275/100;
 генератор переменного тока ДГ-2;
 микрофотометр МФ-2;
 спектропроектор ПС-18;
 угли графитированные для спектрального анализа ос.ч. 7—3 диаметром 6 мм; верхний электрод заточен на конус, в нижнем высверлен цилиндрический канал диаметром 4 мм, глубиной 4 мм;
 фотопластинки спектрографические типа III или УФШ-3;
 натрий сернистокислый 7-водный по ТУ 6—09—5313;
 метол 4-метил-аминофенол (сульфат) по ГОСТ 25664;
 гидрохинон (парадиоксibenзол) по ГОСТ 19627;
 аммоний хлористый по ГОСТ 3773;
 калий бромистый по ГОСТ 4160;
 натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия) по НТД;
 натрий углекислый по ГОСТ 83 или натрий углекислый 10-водный по ГОСТ 84;
 проявитель метолгидрохиноновый; готовят следующим образом: раствор А — 2 г метола, 10 г гидрохинона и 104 г сернистокислого натрия растворяют в воде, доводят объем раствора водой до 1 дм³, перемешивают и, если раствор мутный, его фильтруют;
 раствор Б — 16 г безводного углекислого натрия (или 40 г 10-водного углекислого натрия) и 2 г бромистого калия растворяют в воде, доводят объем раствора водой до 1 дм³, перемешивают и, если раствор мутный, его фильтруют. Затем растворы А и Б смешивают в равных объемах;
 фиксаж быстросействующий; готовят следующим образом: 500 г серноватистокислого натрия и 100 г хлористого аммония растворяют в воде, доводят объем раствора водой до 2 дм³, перемешивают и, если раствор мутный, его фильтруют;
 вода дистиллированная по ГОСТ 6709;
 раствор с концентрацией цинка 1 мг/см³ готовят по ГОСТ 4212;
 соответствующим разбавлением готовят растворы с концентрацией цинка 0,1 и 0,01 мг/см³;
 марганец (II) хлористый 4-водный, не содержащий цинка, основа для образцов сравнения.

3.7.2. Подготовка к анализу

Подготовка анализируемой пробы.

1,00 г анализируемой пробы растворяют в 3 см³ воды.

Приготовление образцов сравнения.

Для препарата чистый для анализа к 1,00 г основы 4-водного хлористого марганца (II) прибавляют 0,2 см³ раствора с концентрацией цинка 0,01 мг/см³ и 2,8 см³ воды.

Для препарата чистый к 1,00 г основы 4-водного хлористого марганца (II) прибавляют 0,5 см³ раствора с концентрацией цинка 0,1 мг/см³ и 2,5 см³ воды.

Рекомендуемые условия съемки спектрограммы:

сила тока, А	12
ширина щели, мм	0,015
экспозиция, с	15

Пластика заряжается в левую (коротковолновую) часть кассеты.

3.7.3. Проведение анализа

Угольные электроды обжигают при токе съемки в течение 10 с. В кратер еще не остывшего нижнего электрода анода вносят по 0,09—0,15 см³ раствора анализируемой пробы или соответствующего образца сравнения.

Высушенный остаток экспонируют. Аналогично регистрируют второй спектр на то же место фотопластинки, производят накапывание в тот же электрод. Таким образом регистрируют по три параллельных спектра анализируемой пробы и образца сравнения.

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

3.7.4. Обработка спектрограммы и результатов

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

Фотометрируют аналитическую спектральную линию цинка и линию соседнего фона на микрофотометре, пользуясь логарифмической шкалой.

Аналитическая спектральная линия цинка 213,86 нм. Для каждой аналитической пары вычисляют разность почернений (ΔS) по формуле

$$\Delta S = S_{\lambda+\phi} - S_{\phi},$$

где $S_{\lambda+\phi}$ — почернение линии плюс фона;

S_{ϕ} — почернение фона.

По трем значениям разности почернений определяют среднее арифметическое значение ($\Delta S'$) в анализируемой пробе и образцах сравнения. Значение ($\Delta S'$) в анализируемой пробе не должно превышать соответствующей величины в образцах сравнения. Допускается определять цинк атомно-абсорбционным методом по ГОСТ 22001.

При разногласиях в оценке массовой доли цинка анализ проводят спектрографическим методом.

3.7.1—3.7.4. (Измененная редакция, Изм. № 1).

3.8. Определение массовой доли кальция, натрия и калия

3.8.1. Приборы, реактивы и растворы:

спектрофотометр на основе спектрографа ИСП-51 (или универсального монохроматора) с фотоэлектрической приставкой ФЭП-1, а также пламенный фотометр типа ПФМ;

распылитель;

горелка для воздушно-ацетиленового пламени;

фотоумножители типов ФЭУ-38 и ФЭУ-51;

воздух сжатый для питания контрольно-измерительных приборов;

ацетилен растворенный технический по ГОСТ 5457;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709;

марганец (II) хлористый 4-водный по настоящему стандарту квалификации ч.д.а. дважды перекристаллизованный с установленной массой кальция, натрия и калия, 10 %-ный раствор — раствор А (массу примесей кальция, натрия и калия определяют на спектрофотометре для пламени методом добавок, при приготовлении растворов сравнения вносят соответствующие поправки);

растворы, содержащие кальций, натрий и калий, готовят по ГОСТ 4212; соответствующим разбавлением готовят раствор с концентрацией кальция, натрия и калия 0,1 мг/см³ — раствор Б.

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

При работе с ацетиленом следует строго руководствоваться инструкцией по технике безопасности.

3.8.2. Подготовка к анализу

Приготовление анализируемого раствора.

2,00 г препарата помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, растворяют в 30 см³ воды, доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают. Для анализа берут параллельно не менее двух навесок препарата.

Приготовление растворов сравнения.

В шесть мерных колб вместимостью по 100 см³ каждая помещают по 20 см³ раствора А (соответствует 2 г 4-водного хлористого марганца (II)), 20 см³ воды и указанные в табл. 2 объемы раствора Б. Объемы растворов в колбах доводят водой до метки и тщательно перемешивают.

Таблица 2

Номер раствора сравнения	Объем раствора Б, см ³	Концентрация в растворе сравнения, мг/100 см ³			Массовая доля в препарате, %		
		Ca	Na	K	Ca	Na	K
1	0	—	—	—	—	—	—
2	0,6	0,06	0,06	0,06	0,003	0,003	0,003
3	1,0	0,1	0,1	0,1	0,005	0,005	0,005
4	1,5	0,15	0,15	0,15	0,0075	0,0075	0,0075
5	3,0	0,3	0,3	0,3	0,015	0,015	0,015
6	6,0	0,6	0,6	0,6	0,03	0,03	0,03

3.8.1; 3.8.2. (Измененная редакция, Изм. № 1).

3.8.3. Проведение анализа

После подготовки прибора в соответствии с прилагаемой к нему инструкцией по эксплуатации проводят фотометрирование воды, применяемой для приготовления растворов, а также анализируемых растворов и растворов сравнения в порядке возрастания содержания примесей кальция, натрия и калия, распыляя после каждого измерения воду. Затем проводят фотометрирование в обратной последовательности, начиная с высшей концентрации, и вычисляют среднее арифметическое значение показаний для каждого раствора, учитывая в качестве поправки отсчет, полученный при фотометрировании воды.

3.8.4. Обработка результатов

По полученным данным для растворов сравнения строят градуировочный график для каждого определяемого элемента, откладывая значения интенсивности излучения по оси ординат, массовую долю примеси по оси абсцисс.

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

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если массовая доля кальция и суммарные массовые доли натрия и калия не будут превышать допускаемой нормы.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми при доверительной вероятности $P = 0,95$ не должны превышать 15 % относительно вычисляемой концентрации.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.9. Определение массовой доли веществ, восстанавливающих марганцовокислый калий

3.9.1. Реактивы и растворы:

калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, раствор концентрации $c(1/5 \text{ KMnO}_4) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$ (0,1 н.), готовят по ГОСТ 25794.2;

кислота серная по ГОСТ 4204;

кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552, 85 %-ная.

3.9.2. Проведение анализа

16,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, растворяют в 200 см³ воды. К раствору добавляют 3 см³ серной кислоты, 3 см³ ортофосфорной кислоты и для препарата чистый — 0,10 см³ раствора марганцовокислого калия; для препарата чистый — 0,20 см³ раствора марганцовокислого калия.

Наблюдаемая розовая окраска должна сохраняться в течение 1 мин.

Окраску анализируемого раствора сравнивают с окраской раствора, полученного смешением тех же количеств препарата, кислоты и воды, но не содержащего марганцовокислого калия.

Применяемые реактивы и растворы должны быть испытаны с раствором марганцовокислого калия на пригодность для данного определения.

3.10. Определение pH 5 %-ного раствора препарата

2,50 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³, растворяют в 50 см³ дистиллированной воды, не содержащей углекислоты (ГОСТ 4517), перемешивают и измеряют pH раствора на pH-метре со стеклянным электродом.

3.9.1—3.10. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

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

Вид и тип тары: 2—2, 2—4, 2—5, 11—1 и 11—6 по согласованию с потребителем.

Группа фасовки: III, IV, V, VI, VII.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

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

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

5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

5.1. Изготовитель гарантирует соответствие 4-водного хлористого марганца (II) требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

5.2. Гарантийный срок хранения препарата — один год со дня изготовления.

5.1; 5.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

Разд. 6. **(Исключен, Изм. № 1).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 10.11.75 № 2800

2. ВЗАМЕН ГОСТ 612—67

3. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 12.1.007—76	2а.1
ГОСТ 83—79	3.7.1
ГОСТ 84—76	3.7.1
ГОСТ 3118—77	3.3.1
ГОСТ 3773—72	3.7.1
ГОСТ 3885—73	2.1; 3.1; 4.1
ГОСТ 4160—74	3.7.1
ГОСТ 4204—77	3.9.1
ГОСТ 4212—76	3.6.1; 3.7.1; 3.8.1
ГОСТ 4517—87	3.10
ГОСТ 5457—75	3.8.1
ГОСТ 6552—80	3.9.1
ГОСТ 6709—72	3.3.1; 3.6.1; 3.7.1; 3.8.1
ГОСТ 9293—74	3.6.1
ГОСТ 10157—79	3.6.1
ГОСТ 10398—76	3.2
ГОСТ 10555—75	3.5
ГОСТ 10671.5—74	3.4
ГОСТ 10929—76	3.3.1; 3.4
ГОСТ 19627—74	3.7.1
ГОСТ 20490—75	3.9.1
ГОСТ 22001—87	3.7.4
ГОСТ 25336—82	3.3.1
ГОСТ 25664—83	3.7.1
ГОСТ 25794.2—83	3.9.1
ТУ 6—09—5313—87	3.7.1

4. Ограничение срока действия снято по протоколу № 5—94 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11-12—94)

5. ИЗДАНИЕ (сентябрь 2002 г.) с Изменением № 1, утвержденным в июне 1985 г. (ИУС 10—85)

Редактор *Л.В. Афанасенко*
Технический редактор *О.Н. Власова*
Корректор *М.В. Бучнах*
Компьютерная верстка *С.В. Рябовой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 20.08.2002. Подписано в печать 10.10.2002. Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,95.
Тираж 70 экз. С 7743. Зак. 293.

ИПК Издательство стандартов, 107076 Москва, Колодезный пер., 14.
<http://www.standards.ru> e-mail: info@standards.ru
Набрано и отпечатано в ИПК Издательство стандартов.