

РЕАКТИВЫ

**МАРГАНЕЦ (II)
СЕРНОКИСЛЫЙ 5-ВОДНЫЙ**

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

Издание официальное

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

МАРГАНЕЦ (II) СЕРНОКИСЛЫЙ 5-ВОДНЫЙ

Технические условия

ГОСТ

435—77

Reagents. 5-aqueous manganese sulphate (II).
Specifications

ОКП 26 2215 0130 10

Дата введения 01.07.78

Настоящий стандарт распространяется на реагент 5-водный сернокислый марганец (II), который представляет собой кристаллический порошок бледно-розового цвета, хорошо растворимый в воде и нерастворимый в спирте.

Формула $MnSO_4 \cdot 5H_2O$.

Показатели технического уровня, установленные настоящим стандартом, предусмотрены для высшей категории качества.

Молекулярная масса (по международным атомным массам 1971 г.) — 241,07.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

I. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. 5-водный сернокислый марганец (II) должен быть изготовлен в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

1.2. По физико-химическим показателям 5-водный сернокислый марганец (II) должен соответствовать нормам, установленным в табл. I.

Таблица I

Наименование	Норма	
	Чистый для анализа (ч. д. а.) ОКП 26 2215 0132 08	Чистый (ч.) ОКП 26 2215 0131 09
1. Массовая доля 5-водного сернокислого марганца ($MnSO_4 \cdot 5H_2O$), %, не менее	98,0	96,0
2. Массовая доля нерастворимых в воде веществ, %, не более	0,003	0,010
3. Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более	0,001	0,005
4. Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,0005	0,0015
5. Массовая доля кальция и натрия (Ca^2+ - Na) в сумме, %, не более	0,03	0,2

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

Наименование	Норма	
	Чистый для анализа (ч. д. а.) ОКП 26 2215 0132 08	Чистый (ч.) ОКП 26 2215 0131 09
6. Массовая доля тяжелых металлов (Pb), %, не более	0,0002	0,0010
7. Массовая доля цинка (Zn), %, не более	0,005	0,010
8. Массовая доля веществ, восстанавливающих $\text{KMnO}_4(\text{O})$, %, не более	0,0005	0,0008

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Правила приемки — по ГОСТ 3885.

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

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

Все взвешивания проводят на лабораторных весах 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г по ГОСТ 24104*.

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

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

3.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885. Масса средней пробы должна быть не менее 525 г.

3.2. Определение массовой доли 5-водного сернокислого марганца (II).

Определение проводят по ГОСТ 10398. При этом около 0,4000 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, растворяют в 100 см³ воды. Далее определение проводят комплексонометрическим методом.

Массовую долю 5-водного сернокислого марганца (II) определяют по формуле прямого титрования. Масса 5-водного сернокислого марганца (II), соответствующая 1 см³ раствора дигидро-ЭДТА концентрации точно 0,05 моль/дм³ (0,05 М), составляет 0,01205 г.

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

3.3. Определение массовой доли нерастворимых в воде веществ

3.3.1. Реактивы и посуда

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота серная по ГОСТ 4204, раствор с массовой долей 20 %.

Тигель фильтрующий по ГОСТ 25336, типа ТФ ПОР 10 или ТФ ПОР 16.

Пипетки 6(7)–2–5 по ГОСТ 29227.

Стакан В-1–400 ТХС по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1–500 по ГОСТ 1770.

3.3.2. Проведение анализа

35,00 г препарата помещают в стакан, растворяют в 200 см³ дистиллированной воды и прибавляют 0,5 см³ раствора серной кислоты. Стакан накрывают часовым стеклом и выдерживают в течение 1 ч на кипящей водяной бане. Затем раствор фильтруют через фильтрующий тигель, предварительно высушенный до постоянной массы и взвешенный на лабораторных весах 2-го класса точности. Результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака. Остаток на фильтре промывают 100 см³ горячей воды и сушат в сушильном шкафу при 105–110 °C до постоянной массы.

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

для препарата чистый для анализа — 1,0 мг,

для препарата чистый — 3,5 мг.

*С 1 июля 2002 г. введен в действие ГОСТ 24104—2001.

3.4. Определение массовой доли хлоридов

Определение проводят по ГОСТ 10671.7. При этом 1,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 50 см³, растворяют в 15 см³ воды, далее определение проводят фототурбидиметрическим методом (способ 1), прибавляя в анализируемый и контрольный растворы по 2 см³ раствора азотной кислоты (вместо 1 см³) и в контрольный раствор 1 г препарата (вместо 1 см³ раствора азотнокислого серебра).

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

для препарата чистый для анализа — 0,01 мг,
для препарата чистый — 0,05 мг.

Допускается заканчивать определение визуально.

При разногласиях в оценке массовой доли хлоридов анализ заканчивают фотометрически.

3.5. Определение массовой доли железа

Определение проводят по ГОСТ 10555. При этом 2,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³ (с меткой на 50 см³), растворяют в 20 см³ воды и далее определение проводят роданидным методом с предварительным окислением железа азотной кислотой.

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

для препарата чистый для анализа — 0,01 мг,
для препарата чистый — 0,03 мг.

Допускается заканчивать определение визуально.

Допускается проводить определение с извлечением окрашенного комплекса изоамиловым спиртом.

При разногласиях в оценке массовой доли железа анализ заканчивают фотометрически.

3.3.1—3.5. (Измененная редакция, Изм. № 1).

3.6. Определение массовой доли кальция и натрия

3.6.1. Аппаратура, реактивы, растворы и посуда

Фотометр пламенный или спектрофотометр на основе спектрографа ИСП-51 с приставкой ФЭП-1 с соответствующим фотоумножителем, или спектрофотометр «Сатурн»; допускается использование других приборов с аналогичной чувствительностью и точностью.

Ацетилен растворенный технический по ГОСТ 5457.

Воздух сжатый для питания контрольно-измерительных приборов.

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

Марганец (II) сернокислый 5-водный по настоящему стандарту, ч. д. а., перекристаллизованный с установленной массовой долей натрия и кальция (содержание примесей натрия и кальция определяют методом добавок в условиях данной методики).

Растворы, содержащие Na и Ca, готовят по ГОСТ 4212, соответствующим разбавлением готовят раствор, содержащий по 0,1 мг/см³ Na и Ca — раствор А.

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

Пипетка 2—10—2 по ГОСТ 29227.

Колба мерная 2—500—2 по ГОСТ 1770.

Цилиндр 1—50 по ГОСТ 1770.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.6.2. Подготовка к анализу

3.6.2.1. Приготовление анализируемого раствора

2,00 г препарата помещают в мерную колбу, растворяют в 50 см³ воды, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

3.6.2.2. Приготовление растворов сравнения

Для приготовления каждого раствора сравнения 2,00 г 5-водного сернокислого марганца (II) с установленной массовой долей натрия и кальция помещают в шесть мерных колб, растворяют в 50 см³ воды и добавляют объемы раствора А, указанные в табл. 2. Затем объем каждого раствора доводят водой до метки и тщательно перемешивают.

Таблица 2

Номер раствора сравнения	Объем раствора $A, \text{ см}^3$	Концентрация натрия и кальция в растворе сравнения, мг/500 см ³		Массовая доля натрия и кальция в растворе сравнения в пересчете на препарат, %	
		Na	Ca	Na	Ca
1	0	—	—	—	—
2	5	0,5	0,5	0,025	0,025
3	10	1	1	0,05	0,05
4	30	3	3	0,15	0,15
5	50	5	5	0,25	0,25
6	70	7	7	0,35	0,35

3.6.2.1, 3.6.2.2. (Измененная редакция, Изм. № 1).

3.6.3. Проведение анализа

Для анализа берут не менее двух навесок препарата. Используют аналитические линии Na—589,0—589,6 нм; Ca—422,7 нм.

После подготовки прибора проводят фотометрирование воды, применяемой для приготовления растворов, а также анализируемых растворов и растворов сравнения, в порядке возрастания массовой доли примесей натрия, кальция, распыляя воду после каждого замера. Затем проводят фотометрирование в обратной последовательности, начиная с большей концентрации и вычисляют среднее арифметическое значение показаний для каждого раствора, учитывая в качестве поправки отсчет, полученный при фотометрировании первого раствора сравнения.

3.6.4. Обработка результатов

По полученным данным для растворов сравнения строят градуировочный график (для каждого определяемого элемента), откладывая значение интенсивности излучения на оси ординат, массовую долю натрия и кальция в пересчете на препарат на оси абсцисс. Массовую долю натрия и кальция в препарате находят по графику.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если массовая доля натрия и кальция не будет превышать допускаемой нормы.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 10 % относительно найденной величины при доверительной вероятности $P = 0,95$.

3.7. Определение массовой доли тяжелых металлов

Определение проводят по ГОСТ 17319. При этом 5,00 г препарата помещают в колбу вместимостью 50 см³ с притертой или резиновой пробкой, растворяют в 15 см³ воды, прибавляют 0,3 см³ уксусной кислоты и доводят объем раствора водой до 20 см³. Далее определение проводят сероводородным методом в объеме 25 см³, не прибавляя уксусной кислоты и раствора уксуснокислого аммония и прибавляя 5 см³ сероводородной воды (вместо 10 см³).

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая через 10 мин окраска анализируемого раствора не будет интенсивнее окраски раствора, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме:

для препарата чистый для анализа — 0,01 мг Pb,

для препарата чистый — 0,05 мг Pb,

15 см³ раствора препарата, не содержащего тяжелых металлов (соответствуют 5 г препарата), раствор, содержащий Zn (готовят по ГОСТ 4212), в количестве, найденном по п. 3.8, в пересчете на навеску 5 г, и 5 см³ сероводородной воды.

Раствор препарата, не содержащий тяжелых металлов, готовят следующим образом: 15,00 г 5-водного сернокислого марганца (II) помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³, растворяют в 30 см³ воды, прибавляют при перемешивании 0,9 см³ уксусной кислоты, 10 см³ сероводородной воды, доводят объем раствора водой до 45 см³ и снова перемешивают. Раствор выдерживают в течение 18—20 ч, затем фильтруют через обеззоленный фильтр и для приготовления каждого раствора сравнения берут по 15 см³ фильтрата.

3.6.4, 3.7. (Измененная редакция, Изм. № 1).

3.8. Определение массовой доли цинка

3.8.1. Химический метод

3.8.1.1. Реактивы, растворы и посуда

Аммоний роданистый по ГОСТ 27067, раствор с массовой долей роданистого аммония 10 %.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор концентрации c (HCl) = (0,55 моль/дм³) (0,5 н.); готовят по ГОСТ 25794.1.

Кислота винная по ГОСТ 5817, раствор с массовой долей винной кислоты 25 %.

Метиловый фиолетовый (индикатор), раствор с массовой долей индикатора 0,05 %.

Кристаллический фиолетовый (индикатор), раствор с массовой долей индикатора 0,05 %.

Раствор, содержащий Zn, готовят по ГОСТ 4212.

Пробирка П4-20-14/23 XC по ГОСТ 25336.

Колба мерная 2-500-2 по ГОСТ 1770.

Пипетка 2-2-5, 6(7)-2-5 по ГОСТ 29227.

3.8.1.2. Проведение анализа

1,00 г препарата растворяют в воде в мерной колбе (с притертой пробкой), объем раствора доводят водой до метки и перемешивают. 5 см³ полученного раствора (соответствуют 0,01 г препарата) помещают в пробирку, прибавляют при перемешивании 2,5 см³ раствора соляной кислоты, 0,5 см³ раствора метилового фиолетового или кристаллического фиолетового, 0,5 см³ раствора винной кислоты и 1 см³ раствора роданистого аммония.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая тотчас на фоне молочного стекла окраска анализируемого раствора не будет интенсивнее окраски (по фиолетовому оттенку) раствора, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме:

для препарата чистый для анализа — 0,0005 мг Zn,

для препарата чистый — 0,0010 мг Zn.

3.8.1.1, 3.8.1.2. (Изменения в редакции, Изм. № 1).

3.8.2. Атомно-абсорбционный метод

3.8.2.1. Аппаратура, реактивы, растворы и посуда

Спектрофотометр атомно-абсорбционный, обеспечивающий чувствительность определения цинка — 0,03 мкг/см³ на 1 % поглощения.

Лампа с полым катодом типа ЛСП-Zn или лампа типа ВСБ-2 на Zn—Cd с источником питания ППБЛ-3.

Ацетилен растворенный технический по ГОСТ 5457.

Компрессор, обеспечивающий давление воздуха не менее 19,6133·10⁴ Па (2 ат).

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Раствор, содержащий 1 мг/см³ цинка, готовят по ГОСТ 4212; соответствующим разбавлением готовят раствор, содержащий 0,1 мг/см³ цинка — раствор А.

Колба мерная 2-100-2 по ГОСТ 1770.

Пипетки 4(5)-2-1(2) по ГОСТ 29227.

Цилиндр 1-50 по ГОСТ 1770.

3.8.2.2. Подготовка к анализу

Приготовление анализируемого раствора.

1,00 г препарата растворяют в воде в мерной колбе, доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают.

Для анализа берут не менее двух навесок препарата.

Приготовление растворов сравнения.

В четыре мерные колбы помещают по 20 см³ воды и объемы раствора А, указанные в табл. 3.

Таблица 3

Номер раствора сравнения	Объем раствора А, см ³	Концентрация цинка в растворе сравнения, мг/100 см ³	Массовая доля цинка в растворе сравнения и пересчете на препарат, %
1	0,3	0,03	0,003
2	0,5	0,05	0,005
3	1,0	0,10	0,01
4	1,5	0,15	0,015

С. 6 ГОСТ 435—77

Объем каждого раствора доводят водой до метки и тщательно перемешивают.

Анализ проводят на пламенном атомно-абсорбционном спектрофотометре при следующих условиях:

аналитическая линия цинка, нм.....	213,9
ширина щелей спектрофотометра, нм	0,1—0,3

пламя — воздушно-ацетиленовое; может быть окислительным или восстановительным.

3.8.2.1, 3.8.2.2. (Измененная редакция, Изм. № 1).

3.8.2.3. Проведение анализа

Определение цинка проводят методом растворов сравнения.

Растворы сравнения в порядке возрастания концентрации и анализируемые растворы распыляют последовательно в пламя — по 2—3 раза и замеряют оптическую плотность. После каждого замера распыляют воду в течение 30 с.

Затем вычисляют среднее арифметическое значение суммы атомного и неатомного поглощения (D_{A+H}).

Неатомное поглощение определяют при распылении анализируемого раствора с использованием резонансной ионной линии кадмия 214,4 нм, излучаемого лампой ВСБ-2.

Значение оптической плотности (D_A), соответствующее атомному поглощению, вычисляют по формуле

$$D_A = D_{A+H} - D_H,$$

где D_{A+H} — сумма оптических плотностей, соответствующих атомному и неатомному поглощению;

D_H — оптическая плотность, соответствующая неатомному поглощению.

3.8.2.4. Обработка результатов

По полученным данным для растворов сравнения строят градуировочный график, откладывая на оси ординат значения атомного поглощения, на оси абсцисс — массовую долю цинка.

Массовую долю цинка в анализируемой пробе в процентах находят по графику.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 7 % относительно вычисляемой величины при доверительной вероятности $P = 0,95$.

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

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.9. Определение массовой доли веществ, восстанавливающих KMnO_4 (О)

3.9.1. Реактивы, растворы и посуда

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, раствор концентрации $c (1/5\text{KMnO}_4) = 0,1$ моль/дм³ (0,1 н.); готовят по ГОСТ 25794.2.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552.

Кислота серная по ГОСТ 4204.

Бюретка 1—2—2—0,01 по ГОСТ 29251.

Пипетки 6(7)—2—5 по ГОСТ 29227.

Колба Кн—2—500—40 ТХС по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1—250 по ГОСТ 1770.

3.9.2. Проведение анализа

15,00 г препарата помещают в коническую колбу и растворяют в 200 см³ воды.

К раствору прибавляют при перемешивании 3 см³ серной кислоты, 3 см³ ортофосфорной кислоты и

для препарата чистый для анализа — 0,10 см³ раствора KMnO_4 ,

для препарата чистый — 0,15 см³ раствора KMnO_4 .

Розовая окраска должна сохраняться в течение 1 мин.

Окраску анализируемого раствора сравнивают с окраской раствора, полученного смешиванием тех же количеств препарата, кислот и воды, но не содержащего раствора KMnO_4 .

Применяемые реактивы и растворы должны быть испытаны раствором KMnO_4 на пригодность для данного определения.

3.9.1, 3.9.2. (Измененная редакция, Изм. № 1).

4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

4.1. Упаковывают и маркируют препарат в соответствии с ГОСТ 3885.

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

Группа фасовки: IV, V, VI не более 3000 г.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.2. Препарат 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, при температуре не выше 30 °С.

5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

5.1. Изготовитель гарантирует соответствие 5-водного сернокислого марганца (II) требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

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

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

6. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

6.1. 5-водный сернокислый марганец (II) токсичен. Предельно допустимая концентрация (в пересчете на марганец) в воздухе рабочей зоны производственных помещений 0,3 мг/м³.

При попадании внутри организма вызывает тяжелые отравления; поражает центральную нервную систему, желудочно-кишечный тракт, головной мозг. При попадании на кожу может вызывать дерматиты и экземы.

6.2. При работе с 5-водным сернокислым марганцем (II) следует применять индивидуальные средства защиты (резиновые перчатки, противопылевые респираторы типа «лепесток»), а также соблюдать правила личной гигиены.

Не допускать попадания препарата внутрь организма.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

6.3. Помещения, в которых проводятся работы с 5-водным сернокислым марганцем, должны быть оборудованы общей приточно-вытяжной механической вентиляцией, а места наибольшего пыления — укрытиями с местной вытяжной вентиляцией.

6.4. Анализ препарата следует проводить в вытяжном шкафу лаборатории.

6.5. При работе с горючими газами следует строго придерживаться инструкции по технике безопасности.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности
2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 25.04.77 № 1021
3. ВЗАМЕН ГОСТ 435—67
4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение ИТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 1770—74	3.9.1, 3.6.1, 3.8.1.1, 3.8.2.1
ГОСТ 3118—77	3.8.1.1
ГОСТ 3885—73	2.1, 3.1, 4.1
ГОСТ 4204—77	3.3.1, 3.9.1
ГОСТ 4212—76	3.6.1, 3.7, 3.8.1.1, 3.8.2.1
ГОСТ 5457—75	3.6.1, 3.8.2.1
ГОСТ 5817—77	3.8.1.1
ГОСТ 6552—80	3.9.1
ГОСТ 6709—72	3.3.1, 3.6.1, 3.8.1.1 3.8.2.1, 3.9.1
ГОСТ 10398—76	3.2
ГОСТ 10555—75	3.5
ГОСТ 10671.7—74	3.4
ГОСТ 17319—76	3.7
ГОСТ 20490—75	3.9.1
ГОСТ 24104—88	3.1a
ГОСТ 25336—82	3.3.1, 3.8.1.1, 3.9.1
ГОСТ 25794.1—83	3.8.1.1
ГОСТ 25794.2—83	3.9.1
ГОСТ 27025—86	3.1a
ГОСТ 27067—86	3.8.1.1
ГОСТ 29227—91	3.3.1, 3.6.1, 3.8.1.1, 3.8.2.1, 3.9.1
ГОСТ 29251—91	3.9.1

5. Ограничение срока действия снято по протоколу № 2—92 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 2—93)

6. ИЗДАНИЕ (май 2002 г.) с Изменением № 1, утвержденным в июне 1987 г. (ИУС 11—87)

Редактор *Л.В. Корстникова*
Технический редактор *В.И. Прусакова*
Корректор *Р.А. Ментова*
Компьютерная верстка *И.А. Назейкиной*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 03.07.2002. Подписано в печать 25.07.2002. Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд.л. 0,95.
Тираж 152 экз. С 6758. Зак. 629.

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

Набрано и Издательство на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов – тип. «Московский печатник», 103062 Москва, Лилия пер., 6.
Пар № 080102