МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

РЕАКТИВЫ

МАРГАНЕЦ (II) УКСУСНОКИСЛЫЙ 4-ВОДНЫЙ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

Издание официальное

БЗ 1—99

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 547.292'171.1—41:006.354 Группа Л52

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

Реактивы

МАРГАНЕЦ (II) УКСУСНОКИСЛЫЙ 4-ВОДНЫЙ

Технические условия

ГОСТ 16538—79

Reagents. Manganese (II) acetate, 4-aqueous. Specifications

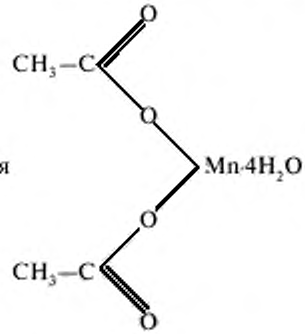
ОКП 26 3421 1010 05

Дата введения 01.07.80

Настоящий стандарт распространяется на 4-водный уксуснокислый марганец (II), который представляет собой кристаллический порошок бледно-розового цвета; растворим в воде и в спирте.

Формулы: эмпирическая $Mn(CH_3COO)_2 \cdot 4H_2O$,

структурная



Молекулярная масса (по международным атомным массам 1971 г.) — 245,08.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

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

Таблица 1

Наименование показателя	Норма	
	Чистый для анализа (ч. д. а.) ОКП 26 3421 1012 03	Чистый (ч.) ОКП 26 3421 1011 04
1. Массовая доля 4-водного уксуснокислого марганца (II) [$Mn(CH_3COO)_2 \cdot 4H_2O$], %, не менее	99	98

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

★

© Издательство стандартов, 1979
© ИПК Издательство стандартов, 1999
Переиздание с Изменениями

Продолжение табл. 1

Наименование показателя	Норма	
	Чистый для анализа (ч. д. а.) ОКП 26 3421 1012 03	Чистый (ч.) ОКП 26 3421 1011 04
2. Массовая доля нерастворимых в воде веществ, %, не более	0,005	0,01
3. Массовая доля сульфатов (SO_4), %, не более	0,005	0,01
4. Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более	0,002	0,01
5. Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,001	0,002
6. Массовая доля натрия и калия (Na+K), %, не более	0,015	Не нормируется
7. Массовая доля кальция (Ca), %, не более	0,02	0,03
8. Массовая доля меди (Cu), %, не более	0,0005	0,0005
9. Массовая доля свинца (Pb), %, не более	0,0005	0,002
10. Массовая доля цинка (Zn), %, не более	0,005	0,02

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2.1. Соединения марганца являются сильными ядами, действующими на нервную систему, легкие, печень, почки и органы кровообращения. Предельно допустимая концентрация марганца в воздухе рабочей зоны производственных помещений составляет 0,3 мг/м^3. Относится ко 2-му классу опасности (ГОСТ 12.1.007).

2.2. При работе с препаратом следует применять индивидуальные средства защиты (респираторы типа «Лепесток», резиновые перчатки, защитные очки), а также соблюдать правила личной гигиены. Не допускать попадания препарата внутрь организма.

2.3. Помещения, в которых проводят работы с препаратом, должны быть оборудованы общей приточно-вытяжной вентиляцией, а места наибольшего пыления — местными отсосами. Анализ препарата необходимо проводить в вытяжном шкафу.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.4. При проведении анализа препарата с использованием горючего газа следует соблюдать меры противопожарной безопасности.

3. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

3.1. Правила приемки — по ГОСТ 3885.

3.2. Определение массовых долей кальция, меди, свинца и цинка изготовитель проводит периодически в каждой двадцатой партии.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

4. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

4.1а. Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025.

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

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.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

4.1. Метод отбора проб — по ГОСТ 3885. Масса средней пробы должна быть не менее 240 г.

4.2. Определение массовой доли 4-водного уксуснокислого марганца (II) проводят по

ГОСТ 10398 из навески около 0,3500 г. Масса 4-водного уксуснокислого марганца (II), соответствующая 1 см³ раствора ди-Na-ЭДТА концентрации точно 0,05 моль/дм³, — 0,01225 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 $P = 0,95$.

4.1, 4.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

4.3. Определение массовой доли нерастворимых в воде веществ

4.3.1. *Реактивы и посуда*

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Стакан В(Н)-1—250 по ГОСТ 25336.

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

Цилиндр 1(3)—250 или мензурка 250 по ГОСТ 1770.

4.3.2. *Проведение анализа*

50,00 г препарата помещают в стакан и растворяют в 200 см³ воды. Раствор фильтруют через фильтрующий тигель, предварительно прокаленный до постоянной массы и взвешенный. Результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака. Остаток на фильтре промывают 100 см³ горячей воды и сушат 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 — 2,5 мг,

для препарата чистый — 5 мг.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ±25 % для препарата чистый для анализа и ±20 % для препарата чистый при доверительной вероятности $P = 0,95$.

4.4. Определение массовой доли сульфатов проводят по ГОСТ 10671.5. При этом 1,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 50 см³ (с меткой на 26 см³), растворяют в 20 см³ воды и, если раствор мутный, его фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента», промытый горячей водой. Затем раствором соляной кислоты с массовой долей 10 % доводят pH раствора до 1,2 (приблизительно 3,3 см³). Проверяют pH раствора на универсальном иономере ЭВ-74 или другом приборе с допускаемой основной погрешностью ±0,05 pH со стеклянным электродом.

Далее определение проводят фототурбидиметрическим или визуально-нефелометрическим (способ 1) методом, не прибавляя раствора соляной кислоты.

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

для препарата чистый для анализа — 0,05 мг,

для препарата чистый — 0,10 мг.

При разногласиях в оценке массовой доли сульфатов определение проводят фототурбидиметрическим методом.

4.5. Определение массовой доли хлоридов проводят по ГОСТ 10671.7. При этом 1,00 г препарата помещают в мерную колбу вместимостью 50 см³ или коническую колбу вместимостью 100 см³ и 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 фототурбидиметрическим (способ 2) или визуально-нефелометрическим (способ 2) методом, прибавляя 3,0 см³ 25 %-ного раствора азотной кислоты вместо 2,0 см³.

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

для препарата чистый для анализа — 0,020 мг,

для препарата чистый — 0,100 мг.

При разногласиях в оценке массовой доли хлоридов определение проводят фототурбидиметрическим методом.

4.6. Определение массовой доли железа проводят по ГОСТ 10555. При этом 1,00 г препарата помещают в коническую колбу, растворяют в 15 см³ воды, прибавляют 3 см³ соляной кислоты и кипятят в течение 5 мин. Раствор охлаждают и количественно переносят в мерную колбу.

Далее определение проводят роданидным методом с предварительным окислением железа надсернокислым аммонием, не прибавляя раствора соляной кислоты.

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

для препарата чистый для анализа — 0,010 мг,

для препарата чистый — 0,0200 мг.

4.3.1—4.6. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

4.7. Определение массовой доли натрия, калия и кальция

4.7.1. *Приборы, реактивы и растворы*

Фотометр пламенный или спектрофотометр на основе спектрографа ИСП-51 с приставкой ФЭП-1 с соответствующим фотоумножителем, или спектрофотометр «Сатурн» в эмиссионном режиме.

Горелка газовая.

Распылитель.

Ацетилен растворенный технический по ГОСТ 5457.

Пропан-бутан (бытовой в баллоне) или газ из городской сети.

Воздух сжатый для питания контрольно-измерительных приборов.

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

Растворы, содержащие Na, K, Ca; готовят по ГОСТ 4212; соответствующим разбавлением и смешением получают раствор массовой концентрации Na, K, Ca по 0,1 мг/см^3 — раствор А.

Марганец (II) уксуснокислый 4-водный по настоящему стандарту, перекристаллизованный с установленными методом добавок массовыми долями примесей Na, K, Ca, раствор с массовой долей 10 % — раствор Б.

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

Колба 2—100—2 по ГОСТ 1770.

Пипетки вместимостью 2, 5 и 10 см^3.

Цилиндр 1(3)—100 по ГОСТ 1770.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.7.2. *Подготовка к анализу*

4.7.2.1. *Приготовление анализируемого раствора*

1,00 г препарата помещают в мерную колбу, растворяют в воде, доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают.

4.7.2.2. *Приготовление растворов сравнения*

В пять мерных колб помещают по 20 см^3 воды, 10 см^3 раствора Б и объемы раствора А, указанные в табл. 2.

Таблица 2

Номер раствора сравнения	Объем раствора А, см^3	Масса каждого элемента (Na, K, Ca), введенного в 100 см^3 раствора сравнения, мг			Массовая доля каждого элемента (Na, K, Ca) в растворе сравнения в пересчете на препарат, %		
		Na	K	Ca	Na	K	Ca
1	0	—	—	—	—	—	—
2	0,5	0,05	0,05	0,05	0,005	0,005	0,005
3	1	0,10	0,10	0,10	0,01	0,01	0,01
4	1,5	0,15	0,15	0,15	0,015	0,015	0,015
5	3	0,3	0,3	0,3	0,03	0,03	0,03

Растворы перемешивают, доводят водой до метки и снова тщательно перемешивают.

4.7.2.1, 4.7.2.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

4.7.3. *Проведение анализа*

Для анализа берут не менее двух навесок препарата. Проводят фотометрирование анализируемого раствора и раствор сравнения в порядке возрастания содержания примесей. Затем проводят фотометрирование в обратной последовательности, начиная с максимального содержания примесей, и вычисляют среднее арифметическое значение показаний, учитывая в качестве поправки отсчет, полученный при фотометрировании первого раствора сравнения. После каждого измерения распыляют воду.

Сравнивают интенсивность излучения резонансных линий Na — 589,0—589,6; K — 766,5; Ca — 422,7 нм, возникающих в спектре пламени газ-воздух при введении в него анализируемого раствора и растворов сравнения.

4.7.4. *Обработка результатов*

По полученным данным для растворов сравнения строят градуировочный график, откладывая значения интенсивности излучения на оси ординат, массовую долю примеси в процентах — на оси абсцисс.

Массовую долю каждой примеси в препарате находят по 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. № 1).

4.8. Определение массовой доли меди и свинца

4.8.1. *Приборы, реактивы и растворы*

Полярограф регистрирующий.

Ячейка полярографическая с насыщенным каломельным электродом (или донной ртутью) — анодом и с ртутным капающим электродом — катодом.

Азот газообразный по ГОСТ 9293, очищенный от кислорода, или

Аргон газообразный по ГОСТ 10157, очищенный от кислорода.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор концентрации $c(HCl) = 0,1$ моль/дм^3.

Ртуть металлическая по ГОСТ 4658 марки Р-0 или Р-1, очищенная для полярографических работ.

Растворы, содержащие Cu и Pb; готовят по ГОСТ 4212; соответствующим разбавлением готовят растворы массовой концентрации Cu и Pb по 0,01 мг/см^3.

Колба 2—50—2 по ГОСТ 1770.

Пипетки вместимостью 2 и 10 см^3.

Стакан В-1—25 ТХС по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1(3)—50 по ГОСТ 1770.

4.8.2. *Подготовка к анализу*

5,00 г препарата помещают в мерную колбу, растворяют в 10—15 см^3 раствора соляной кислоты, доводят объем раствора этой же кислотой до метки и тщательно перемешивают.

4.8.3. *Проведение анализа*

В два стаканчика помещают по 10 см^3 подготовленного раствора (соответствуют 1 г препарата). В первый стаканчик вводят по 0,005 мг Cu и Pb (в виде растворов) для препарата чистый для анализа или 0,005 мг Cu и 0,02 мг Pb (в виде растворов) для препарата чистый. Объемы растворов в первом и во втором стаканчиках должны быть одинаковыми, для этого во второй стаканчик добавляют воду (1,0 см^3 при анализе препарата чистый для анализа или 2,5 см^3 при анализе препарата чистый). Содержимое стаканчиков по очереди помещают в полярографическую ячейку. Через растворы в течение 10—15 мин пропускают азот или аргон, очищенные от кислорода, и снимают полярограммы в интервале потенциалов (0) — (минус 1,0) В.

Потенциал полуволны меди — минус 0,3 В.

Потенциал полуволны свинца — минус 0,6 В, относительно насыщенного каломельного электрода.

Чувствительность прибора подбирают так, чтобы высота волны в пробе была не менее 20 мм.

4.8.4. *Обработка результатов*

Массовую долю меди и свинца (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{h_1 \cdot m \cdot 100}{(h_2 - h_1) \cdot m_1 \cdot 1000},$$

где h_1 — высота волны определяемой примеси в анализируемом растворе, мм;

h_2 — высота волны определяемой примеси в растворе с добавками, мм;

m — масса определяемой примеси, введенная с раствором, содержащим Cu и Pb, мг;

m_1 — масса навески препарата, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 5 %.

4.8.1—4.8.4. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

4.9. Определение массовой доли цинка

4.9.1. *Приборы, оборудование, реактивы и растворы*

Спектрофотометр атомно-абсорбционный типов «Сатурн», «Сатурн-2».

Лампа спектральная с полым катодом ЛСП-Zn.

Ацетилен растворенный и газообразный технический по ГОСТ 5457.

Воздух сжатый для питания контрольно-измерительных приборов.

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

Раствор, содержащий Zn; готовят по ГОСТ 4212; соответствующим разбавлением раствором соляной кислоты концентрации 0,001 моль/дм^3 получают раствор массовой концентрации 0,1 мг/см^3 Zn — раствор А.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор концентрации c(HCl) = 0,001 моль/дм^3 (0,001 н.); готовят по ГОСТ 25794.1.

Колба 2—100—2 по ГОСТ 1770.

Пипетки вместимостью 2 и 5 см^3.

Цилиндр 1(3)—50 по ГОСТ 1770.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.9.2. *Подготовка к анализу*

4.9.2.1. *Приготовление анализируемого раствора*

1,00 г препарата помещают в мерную колбу, растворяют в воде, доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают.

4.9.2.2. *Приготовление растворов сравнения*

В пять мерных колб помещают по 20 см^3 воды и объемы раствора А, указанные в табл. 3. Объем каждого раствора доводят водой до метки и тщательно перемешивают.

Таблица 3

Номер раствора сравнения	Объем раствора А, см^3	Масса цинка, введенного в 100 см3 раствора сравнения, мг	Массовая доля цинка в растворе сравнения в пересчете на препарат, %
1	0,4	0,04	0,004
2	1,0	0,1	0,01
3	1,5	0,15	0,015
4	2,0	0,2	0,02
5	2,5	0,25	0,025

4.9.3. *Проведение анализа*

Анализ проводят в пламени ацетилен-воздух, используя аналитическую линию Zn — 213,9 нм.

После подготовки прибора в соответствии с прилагаемой к нему инструкцией по эксплуатации проводят фотометрирование анализируемых растворов и растворов сравнения в порядке возрастания массовых долей примесей. Затем проводят фотометрирование в обратной последовательности и вычисляют среднее арифметическое результатов трех измерений атомного поглощения для каждого раствора. После каждого измерения распыляют воду.

4.9.4. *Обработка результатов*

По полученным данным для растворов сравнения строят градуировочный график, откладывая значения атомного поглощения на оси ординат, массовые доли цинка в пересчете на препарат — на оси абсцисс.

Массовую долю примеси цинка находят по 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 $P = 0,95$.

4.9.1—4.9.4. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

5. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

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

Вид и тип тары: 2—1, 2—4, 2—9.

Группа фасовки: IV, V.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

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

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

6. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

6.1. Изготовитель гарантирует соответствие качества препарата требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

6.2. Гарантийный срок хранения — шесть месяцев со дня изготовления.

6.1, 6.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности

РАЗРАБОТЧИКИ

Г.В. Грязнов, Т.Г. Манова, И.Л. Ротенберг, З.М. Ривина, Е.К. Богомолова, И.В. Жарова, Л.В. Кидиярова

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 15.03.79 № 922

3. ВЗАМЕН ГОСТ 16538—71

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	2.1	ГОСТ 10157—79	4.8.1
ГОСТ 1770—74	4.3.1; 4.7.1; 4.8.1; 4.9.1	ГОСТ 10398—76	4.2
ГОСТ 3118—77	4.8.1; 4.9.1	ГОСТ 10555—75	4.6
ГОСТ 3885—73	3.1; 4.1; 5.1	ГОСТ 10671.5—74	4.4
ГОСТ 4212—76	4.7.1; 4.8.1; 4.9.1	ГОСТ 10671.7—74	4.5
ГОСТ 4658—73	4.8.1	ГОСТ 25336—82	4.3.1; 4.8.1
ГОСТ 5457—75	4.7.1; 4.9.1	ГОСТ 25794.1—83	4.9.1
ГОСТ 6709—72	4.3.1; 4.7.1; 4.8.1; 4.9.1	ГОСТ 27025—86	4.1а
ГОСТ 9293—74	4.8.1		

5. Ограничение срока действия снято по протоколу № 4—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 4—94)

6. ПЕРЕИЗДАНИЕ (июнь 1999 г.) с Изменением № 1, утвержденным в декабре 1989 г. (ИУС 3—90)

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *Л.А. Кузнецова*
Корректор *В.Е. Нестерова*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 22.06.99. Подписано в печать 04.08.99. Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,85. Тираж 133 экз. С3441. Зак. 635.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru