УДК 546-41 *Издание официальное*

СССР — Всесоюзный комитет стандартов при Совнаркоме Союза ССР	ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ	ГОСТ 435—41*
	МАРГАНЕЦ СЕРНОКИСЛЫЙ (реактив)	Взамен ОСТ 1668
		Группа Л51

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Перепечатка воспрещена

I. ОПРЕДЕЛЕНИЕ

1. Препарат представляет собой закисную сернокислую соль марганца.

Химическая формула — $MnSO_4 \cdot nH_2O$. Молекулярный вес безводной соли (по международным атомным весам 1940 г.) — 150,99; log — 2,17895.

II. КЛАССИФИКАЦИЯ

2 По содержанию $MnSO_4$ и количеству допустимых примесей различают препараты: «чистый для анализа» и «чистый».

III ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

3. Препарат представляет собой бледно-розовые кристаллы, растворимые в воде и нерастворимые в спирте.

4. Содержание $MnSO_4$ в обезвоженном препарате «ч. д. а.» должно быть не менее 99% и в препарате «чистый» — не менее 98%.

5. Потери при обезвоживании препаратов «ч. д. а.» и «чистый» должны быть не более 39%.

6 Препарат должен удовлетворять следующим требованиям по содержанию примесей в процентах:

Наименования примесей	„Чистый для анализа"	„Чистый"
а) Нерастворимые в воде вещества, не более	0,005	0,01
б) Хлориды (в пересчете на Cl′), не более	0,002	0,005
в) Цинк (Zn), не более	0,02	0,05
г) Тяжелые металлы, осаждаемые сероводородом, не более	0,0002	0,001

Цена 3 коп.

Внесен Народным комиссариатом химической промышленности СССР	Утвержден Всесоюзным комитетом стандартов 28/III 1941 г.	Срок введения 15/V 1941 г.

* *Переиздание (октябрь 1965 г.) с изменением № 1, принятым в апреле 1954 г.*

gost.e-ecolog.ru

Продолжение

Наименования примесей	„Чистый для анализа"	„Чистый"
д) Железо (Fe), не более	0,0005	0,0015
е) Щелочные и щелочно-земельные металлы (в виде сульфатов), не более	0,5	1,0
ж) Вещества, восстанавливающие $KMnO_4$	Препарат должен выдерживать испытание по п. 10 ж	

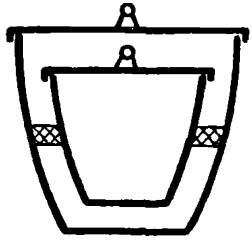
IV. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

7. Приемку и отбор проб производят по ГОСТ 3885—59. Общий вес отобранной пробы должен быть не менее 0,4 *кг*.

(**Измененная редакция**—«Информ. указатель стандартов» № 4 1954 г.).

V. МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ

8. Определение содержания воды. Около 0,7 *г* испытуемого препарата взвешивают с точностью до 0,0002 *г* в предварительно взвешенном фарфоровом тигле и сушат в сушильном шкафу при температуре 110—120°С в течение 2—3 *ч*. Затем тигель устанавливают при помощи асбестового кольца в другой фарфоровый тигель большего размера (см. рисунок).



Каждый тигель закрывают крышкой, нагревают внешний тигель сначала осторожно, затем сильнее и наконец прокаливают до постоянного веса. По потере в весе вычисляют процентное содержание воды.

9. Определение содержания сернокислого марганца.

а) *Применяемые реактивы и растворы.*

Кислота серная по ГОСТ 4204—48, 4 н раствор

Натрий пирофосфорнокислый по ГОСТ 342—41, «ч. д. а.», 8%-ный раствор.

(Раствор должен быть прозрачен, годен в течение трех недель).

Калий марганцевокислый по ГОСТ 4527—65, 0,1 н раствор.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—53.

б) *Описание определения*

Около 4 *г* препарата взвешивают с точностью до 0,0002 *г*, растворяют в воде в мерной колбе емкостью 250 *мл*, доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают.

В стакан емкостью 200—250 *мл* помещают 100 *мл* раствора пирофосфорнокислого натрия и приливают пипеткой 25 *мл* испытуемого раствора при постоянном перемешивании содержимого стакана (для растворения выпадающего осадка) — раствор *А*

К прозрачному раствору прибавляют затем по каплям раствор серной кислоты в количестве, необходимом для создания в испытуемом растворе слабокислой реакции (pH 6,7).

Требуемое для этого количество кислоты устанавливают параллельным потенциометрическим титрованием отдельной контрольной пробы следующим образом.

К 100 *мл* раствора пирофосфорнокислого натрия прибавляют 25 *мл* испытуемого раствора, небольшое количество хингидрона и приливают из бюретки раствор серной кислоты до прекращения отклонения луча от нулевого положения, которое заранее установлено на потенциометре при $E = 0{,}068$ *в* (при температуре 18°С) и рассчитано по формуле:

$$\text{pH } 6{,}7 = \frac{0{,}4545 - E}{0{,}0577},$$

где E — электродвижущая сила хингидронно-каломельного насыщенного элемента в вольтах.

Затраченный на титрование контрольной пробы объем раствора серной кислоты приливают в испытуемый раствор *А*.

Подготовленный таким образом испытуемый раствор *А* титруют потенциометрически (перемешивая мешалкой) раствором марганцовокислого калия до скачка потенциала.

Электродом сравнения служит насыщенный каломельный полуэлемент, а индикаторным электродом — платиновая проволока, впаянная в стеклянную трубочку, наполненную ртутью (для контакта).

Содержание $MnSO_4$ в обезвоженном препарате в процентах (X) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{V \cdot 0{,}01208 \cdot 100 \cdot 10}{(G-a)} = \frac{V \cdot 12{,}08}{(G-a)},$$

где:

0,01208 — количество $MnSO_4$, соответствующее 1 *мл* точно

0,1 н раствора марганцевокислого калия, в *г*. Коэффициент 0,01208 рассчитан по уравнению

$$4Mn^{\cdot\cdot} + (MnO_4)' + 8H^{\cdot} + 15(H_2P_2O_7)'' = 5Mn(H_2P_2O_7)_3''' + 4H_2O;$$

V — объем точно 0,1 н раствора марганцевокислого калия, израсходованный на титрование, в *мл;*

G — навеска испытуемого препарата в *г;*

a — содержание воды в навеске G, вычисленное на основании определения по п. 8.

(Измененная редакция—«Информ указатель стандартов» № 4 1954 г.).

10. Определение содержания примесей.

Для определения содержания примесей навески препарата взвешивают с точностью до 0,01 *г*.

а) *Нерастворимые в воде вещества.* В стакан емкостью 250 *мл* помещают 50 *г* препарата и растворяют при нагревании в 100 *мл* воды. Стакан накрывают часовым стеклом и раствор выдерживают в течение 1 *ч* на кипящей водяной бане; затем фильтруют через стеклянный фильтр-тигель (№ 3 или № 4) или же через фарфоровый тигель с пористым дном (A_1 или A_2), остаток на фильтре промывают 100 *мл* горячей воды и сушат при 105—110°С до постоянного веса.

Вес остатка должен быть не более:

для препарата «ч. д. а.» — 2,5 *мг;*

для препарата «чистый» — 5,0 *мг.*

б) *Хлориды.* В коническую колбу емкостью 50 *мл* растворяют 1 *г* препарата в 40 *мл* воды, раствор, если нужно, фильтруют через трижды промытый горячей водой фильтр, подкисляют 2 *мл* азотной кислоты (уд. в. 1,15) и прибавляют 1 *мл* 0,1 н раствора азотнокислого серебра. Появившаяся опалесценция через 20 *мин* не должна быть интенсивнее опалесценции типового раствора, содержащего в 40 *мл* воды 2 *мл* той же азотной кислоты, 1 *мл* 0,1 н раствора азотнокислого серебра и

для препарата «ч. д. а.» — 0,02 *мг* Cl';

для препарата «чистый» — 0,05 *мг* Cl'.

Примечание Для приготовления типа Cl' растворяют в воде 1,649 *г* предварительно слегка прокаленного химически чистого хлористого натрия и полученный раствор разбавляют водой до объема 1 *л* — раствор *А*.

5 *мл* раствора *А* разбавляют водой до объема 250 *мл* — раствор *Б*.

1 *мл* раствора *Б* содержит 0,02 *мг* Cl'.

в) *Цинк.* В конической колбе растворяют 1 *г* препарата в 20 *мл* воды, к раствору прибавляют 2 *мл* уксусной кислоты

(уд. в. 1,04), 0,5 *г* хлористого аммония и 10 *мл* свежеприготовленной сероводородной воды.

Появившаяся опалесценция через 10 *мин* не должна быть интенсивнее опалесценции типового раствора, содержащего в 20 *мл* воды:

для препарата «ч. д. а.» — 0,2 *мг* Zn;

для препарата «чистый» — 0,5 *мг* Zn

и уксусную кислоту, хлористый аммоний и сероводородную воду в тех же количествах, как и в испытуемом растворе.

Примечание Для приготовления типа Zn растворяют в воде 4,398 *г* свежеперекристаллизованного химически чистого или чистого для анализа $ZnSO_4 \cdot 7H_2O$ и раствор разбавляют водой до объема 1 *л* — раствор *А;* 20 *мл* раствора *А* разбавляют водой до объема 100 *мл* — раствор *Б*

1 *мл* раствора *Б* содержит 0,2 *мг* Zn.

г) *Тяжелые металлы, осаждаемые сероводородом.* В конической колбе растворяют 10 *г* препарата в 30 *мл* воды, раствор подкисляют 0,5 *мл* ледяной уксусной кислоты, объем раствора доводят водой до 40 *мл* и прибавляют 10 *мл* свежеприготовленной сероводородной воды. Появившаяся темная окраска, наблюдаемая на фоне листа белой бумаги, не должна быть через 10 *мин* интенсивнее окраски типового раствора, содержащего в том же объеме 0,5 *мл* ледяной уксусной кислоты, 10 *мл* сероводородной воды, 10 *г* сернокислого марганца (не содержащего тяжелых металлов), цинк (в количестве, определенном по подпункту «в», в пересчете на 10 *г* препарата) и

для препарата «ч. д. а.» — 0,02 *мг* Pb;

для препарата «чистый» — 0,1 *мг* Pb.

Примечания:

1. Для приготовления типа Pb растворяют 1,831 *г* свежеперекристаллизованного химически чистого или чистого для анализа $Pb(CH_3COO)_2 \cdot 3H_2O$ в воде, подкисленной 1 *мл* ледяной уксусной кислоты, и разбавляют раствор водой до объема 1 *л* — раствор *А*.

10 *мл* раствора *А* разбавляют водой до объема 500 *мл* — раствор *Б*.

1 *мл* раствора *Б* содержит 0,02 *мг* Pb

Раствор *Б* может применяться только в день его приготовления.

2. При отсутствии сернокислого марганца, не содержащего тяжелых металлов, типовой раствор Pb приготовляют следующим образом в конической колбе емкостью 250 *мл* растворяют 50 *г* препарата в 120 *мл* воды, подкисленной 2,5 *мл* ледяной уксусной кислоты. Раствор разбавляют водой до объема 150 *мл,* нагревают до 80°С и прибавляют 25 *мл* свежеприготовленной сероводородной воды Затем дают жидкости отстояться в течение суток до полного осветления, после чего из верхнего прозрачного слоя берут при помощи сифона 35 *мл* жидкости и фильтруют К фильтрату, помещенному в коническую колбу, прибавляют 1 *мл* раствора *Б* уксуснокислого свинца (для препарата «ч. д. а.») или 5 *мл* того же раствора (для препарата «чистый»), раствор *А* типа Zn (в ко-

личестве, соответствующем полученному при определении по подпункту «в», в пересчете на 10 *г* препарата) и 5 *мл* свежеприготовленной сероводородной воды, после чего объем раствора доводят водой до 50 *мл*.

д) *Железо.* В стакане емкостью 100 *мл* растворяют 1 *г* препарата в 50 *мл* воды. К раствору прибавляют 0,5 *мл* азотной кислоты (уд. в. 1,15), нагревают до кипения, охлаждают и переносят в мерный цилиндр емкостью 100 *мл* с притертой пробкой. Затем к раствору прибавляют 0,5 *мл* 4 н серной кислоты, 8 *мл* 4 н раствора роданистого аммония, 15 *мл* изоамилового спирта; объем раствора доводят водой до 100 *мл* и взбалтывают. Появившуюся окраску спиртового слоя сравнивают с окраской спиртового слоя типового раствора, содержащего в том же объеме воды те же количества серной и азотной кислот, роданистого аммония, изоамилового спирта и

для препарата «ч. д. а.» — 0,005 *мг* Fe;

для препарата «чистый» — 0,015 *мг* Fe.

Сравнение окраски производят после взбалтывания в цилиндрах испытуемого и типовых растворов.

Примечание. Для приготовления типа Fe растворяют 8,635 *г* химически чистых железо-аммонийных квасцов в воде, подкисленной 25 *мл* серной кислоты (уд. в. 1,11), и разбавляют раствор водой до объема 1 *л* — раствор *А*.

10 *мл* раствора *А* разбавляют водой до объема 1 *л* — раствор *Б*.

1 *мл* раствора *Б* содержит 0,01 *мг* Fe. Раствор *Б* применяют только в день его приготовления.

е) *Щелочные и щелочно-земельные металлы (в виде сульфатов).* В конической колбе емкостью 250 *мл* растворяют 5 *г* препарата в 100 *мл* воды, раствор нагревают до кипения и прибавляют к нему 25 *мл* раствора сернистого аммония, приготовленного из аммиака (уд. в. 0,926), не содержащего углекислоты. Сернистый марганец должен выделиться в виде зеленого осадка; если выпавший осадок имеет розовый цвет, то колбу нагревают на кипящей водяной бане до тех пор, пока розовый цвет осадка не перейдет в зеленый. Затем дают жидкости отстояться до полного осветления, после чего из верхнего прозрачного слоя берут при помощи сифона 75 *мл* раствора и фильтруют через сухой плотный складчатый фильтр. Фильтрат подкисляют 10 *мл* соляной кислоты (уд. в. 1,19), переносят в платиновую чашку и выпаривают досуха на водяной бане; остаток сушат в сушильном шкафу и прокаливают на песчаной бане, затем на голом огне до удаления аммонийных солей. Прокаленный остаток трижды обрабатывают горячей водой (по 2—3 *мл*), выпаривая ее каждый раз досуха на водяной бане, затем соли щелочных и щелочноземельных металлов извлекают, нагревая остаток с 20 *мл* во-

ды на водяной бане, фильтруют во взвешенную маленькую платиновую или кварцевую чашку, выпаривают и остаток прокаливают до постоянного веса.

Вес остатка должен быть не более:

для препарата «ч. д. а.» — 15,0 *мг;*

для препарата «чистый» — 30,0 *мг.*

Примечание. Приготовление сернистого аммония. В колбу емкостью 1 *л* помещают около 500 *мл* концентрированного раствора аммиака и около 10 *г* свежегашеной извести. К колбе присоединяют холодильник, соединенный с трубкой, наполненной натронной известью, и жидкость выдерживают в течение одного дня при частом перемешивании.

После этого колбу с жидкостью ставят на водяную баню так, чтобы холодильник был направлен несколько вверх, соединяют его с приемной колбой, в которой находится свежепрокипяченная и охлажденная без доступа CO_2 вода, и отгоняют аммиак до тех пор, пока удельный вес раствора аммиака в приемной колбе достигнет величины 0,926. Отбирают 100 *мл* полученного раствора аммиака, через который осторожно в течение 5—7 *мин* пропускают сероводород. По истечении этого времени производят через каждые 2—3 *мин* пробу с 5%-ным раствором хлористого магния на появление опалесценции. При появлении слабой опалесценции пробу производят через каждую минуту. Пропускание сероводорода прекращают, когда кольцо мути в месте соприкосновения двух жидкостей появляется не ранее 2—3 *мин* после осторожного приливания 5 *мл* раствора сернистого аммония к 5 *мл* раствора хлористого магния.

ж) *Вещества, восстанавливающие* $KMnO_4$. 15 *г* препарата растворяют в 200 *мл* дистиллированной воды. К раствору добавляют 3 *мл* серной кислоты (уд. в. 1,84) и 3 *мл* фосфорной кислоты (уд. в. 1,7) и

для препарата «ч. д. а.» — 0,10 *мл* 0,1 н раствора $KMnO_4$;

для препарата «чистый» — 0,15 *мл* 0,1 н раствора $KMnO_4$.

Розовая окраска должна сохраняться в течение 1 *мин.*

Окраску испытуемого раствора сравнивают с окраской раствора, полученного смешением тех же количеств препарата, кислот и воды, но не содержащего $KMnO_4$.

Примечание. Применяемая для испытания вода, фосфорная и серная кислоты должны быть предварительно испытаны с раствором перманганата на пригодность для данного определения.

VI. УПАКОВКА И МАРКИРОВКА

11. Препарат упаковывают и маркируют по ГОСТ 3885—59.

(**Измененная редакция**—«Информ. указатель стандартов» № 4 1954 г.).

12. (**Отменен** — «Информ. указатель стандартов» № 4 1954 г.).

Замена

ГОСТ 3885—59 введен взамен ГОСТ 3885—54
ГОСТ 4527—65 введен взамен ГОСТ 4527—48

Издательство стандартов. Москва, К-1, ул Щусева, 4
Сдано в наб 4/X 1965 г Подп к печ. 16/XI 1965 г 0,5 п л. Тир 4000
Тип «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак 2900

gost.e-ecolog.ru