МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

РЕАКТИВЫ

МАРГАНЕЦ (II) ХЛОРИСТЫЙ 4-ВОДНЫЙ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

Издание официальное

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 546.711'13—41:006.354 Группа Л51

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 $MnCl_2 \cdot 4H_2O$.

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) ($MnCl_2 \cdot 4H_2O$), %, 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

© Издательство стандартов, 1975
© ИПК Издательство стандартов, 2002

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/м^3. 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 см^3, растворяют в 100 см^3 воды и далее определение проводят комплексонометрическим методом.

Масса 4-водного хлористого марганца (II), соответствующая 1 см^3 раствора трилона Б концентрации точно *с* (ди-Na-ЭДТА) = 0,05 моль/дм^3 (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 см^3, растворяют в 200 см^3 воды, прибавляют по каплям раствор соляной кислоты до pH 3 (определяют по универсальной индикаторной бумаге) и 0,15 см^3 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 см^3 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 см^3, растворяют в 25 см^3 воды, при наличии розовой окраски к раствору

добавляют 0,03—0,05 см^3 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 см^3, растворяют в 20 см^3 воды и далее определение проводят роданидным методом с предварительным окислением железа надсернокислым 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/см^3.

3.6.2. *Проведение анализа*

1,00 г препарата помещают в колбу вместимостью 50 см^3, растворяют в 20 см^3 воды. Содержимое переносят в электролитическую ячейку, туда же вводят 0,4 см^3 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 электрорастворения 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 см^3 раствора свинца и 0,2 см^3 раствора меди с концентрацией свинца и меди 0,01 мг/см^3 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 однолинзовой 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 (парадиоксибензол) 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 $дм^3$, 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 $дм^3$, перемешивают и, если раствор мутный, его фильтруют. Затем растворы А и Б смешивают в равных объемах;

фиксаж быстродействующий; готовят следующим образом: 500 г серноватистокислого натрия и 100 г хлористого аммония растворяют в воде, доводят объем раствора водой до 2 $дм^3$, перемешивают и, если раствор мутный, его фильтруют;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709;

раствор с концентрацией цинка 1 $мг/см^3$ готовят по ГОСТ 4212;

соответствующим разбавлением готовят растворы с концентрацией цинка 0,1 и 0,01 $мг/см^3$;

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 $см^3$ воды.

Приготовление образцов сравнения.

Для препарата чистый для анализа к 1,00 г основы 4-водного хлористого марганца (II) прибавляют 0,2 $см^3$ раствора с концентрацией цинка 0,01 $мг/см^3$ и 2,8 $см^3$ воды.

Для препарата чистый к 1,00 г основы 4-водного хлористого марганца (II) прибавляют 0,5 $см^3$ раствора с концентрацией цинка 0,1 $мг/см^3$ и 2,5 $см^3$ воды.

Рекомендуемые условия съемки спектрограммы:

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

Пластинка 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 $см^3$ 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

$$\Delta S = S_{л+ф} - S_{ф},$$

где $S_{л+ф}$ — почернение линии плюс фона;

$S_{ф}$ — 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/см^3 — 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 см^3, растворяют в 30 см^3 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 см^3 каждая помещают по 20 см^3 раствора А (соответствует 2 г 4-водного хлористого марганца (II), 20 см^3 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 см3			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 доля 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 ($^1/_5$ $KMnO_4$) = 0,1 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 см^3, растворяют в 200 см^3 воды. К раствору добавляют 3 см^3 серной кислоты, 3 см^3 ортофосфорной кислоты и

для препарата чистый для анализа — 0,10 см^3 раствора марганцовокислого калия;

для препарата чистый — 0,20 см^3 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, кислот 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 см^3, растворяют в 50 см^3 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. Бучная*
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.
gost.e-ecolog.ru e-mail: gost.e-ecolog.ru
Наорано и отпечатано в ИПК Издательство стандартов.

gost.e-ecolog.ru