УДК 546-41

Издание официальное

СССР

Комитет стандартов, мер и измерительных приборов при Совете Министров СССР

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 435—67

РЕАКТИВЫ

Марганец сернокислый

Reagents. Manganese sulfate

Взамен ГОСТ 435—41

Группа Л51

Сернокислый марганец представляет собой кристаллический порошок, бледно-розового цвета, хорошо растворимый в воде и нерастворимый в спирте.

Формула: $MnSO_4 \cdot 5H_2O$.

Молекулярный вес (по международным атомным весам 1961 г.) — 241,08.

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Сернокислый марганец должен соответствовать требованиям и нормам, указанным в таблице.

Показатели	Нормы в %	
	„Чистый для анализа" („ч. д. а.")	„Чистый"
1. Сернокислый марганец ($MnSO_4 \cdot 5H_2O$), не менее	97,5	96,0
2. Потеря при обезвоживании, не более	39	39
3. Нерастворимые в воде вещества, не более	0,005	0,01
4. Хлориды (Cl), не более	0,001	0,005
5. Цинк (Zn), не более	0,005	0,03
6. Тяжелые металлы сероводородной группы (Pb), не более	0,0002	0,001
7 Железо (Fe), не более	0,0005	0,0015
8. Сумма кальция (Ca) и натрия (Na), не более	0,2	0,35
9. Вещества, восстанавливающие [$KMnO_4$ (O)], не более	0,0005	0,0008

Внесен Министерством химической промышленности СССР

Утвержден Комитетом стандартов, мер и измерительных приборов при Совете Министров СССР 25/IV 1967 г.

Срок введения 1/I 1968 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Перепечатка воспрещена

Цена 4 коп.

2. МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ

2.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885—66. Общий вес средней отобранной пробы должен быть не менее 200 *г*.

2.2. Определение содержания сернокислого марганца

2.2.1. *Применяемые реактивы и растворы:*

аммиак водный по ГОСТ 3760—64, 25%-ный раствор;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—53;

гидроксиламин солянокислый по ГОСТ 5456—65;

индикаторная смесь метилтимолового синего (с хлористым натрием); готовят по ГОСТ 10398—63;

натрий хлористый по ГОСТ 4233—66;

трилон Б (комплексон III, двунатриевая соль этилендиаминтетрауксусной кислоты) по ГОСТ 10652—63, 0,05 *М* раствор; готовят по ГОСТ 10398—63

2.2.2. *Проведение испытания*

Около 0,4 *г* препарата взвешивают с точностью до 0,0002 *г*, помещают в коническую колбу вместимостью 250 *мл*, растворяют в 100 *мл* воды, прибавляют при перемешивании 25 *мл* раствора трилона Б (из бюретки), 0,5 *г* солянокислого гидроксиламина, 10 *мл* раствора аммиака, около 0,1 *г* индикаторной смеси метилтимолового синего, перемешивают и дотитровывают из той же бюретки раствором трилона Б до перехода синей окраски раствора в серую.

Содержание сернокислого марганца (X) в процентах вычисляют по формуле:

$$X = \frac{V \cdot 0{,}012054 \cdot 100}{G},$$

где:

V — объем точно 0,05 *М* раствора трилона Б, пошедший на титрование, в *мл*;

G — навеска препарата в *г*;

0,012054 — количество сернокислого марганца, соответствующее 1 *мл* точно 0,05 *М* раствора трилона Б, в *г*.

Определение сернокислого марганца можно также проводить в аммиачном буферном растворе по ГОСТ 10398—63 (п.33).

2.3. Определение потери при обезвоживании

Около 1 *г* препарата взвешивают с точностью до 0,0002 *г* в предварительно взвешенном фарфоровом тигле и сушат в сушильном шкафу при 110—120°С в течение 2—3 *ч*. Затем

тигель устанавливают при помощи асбестового кольца в другой фарфоровый тигель большего размера так, чтобы тигель с навеской не касался дна большого тигля.

Каждый тигель закрывают крышкой, нагревают внешний тигель сначала осторожно, затем сильнее и прокаливают до постоянного веса.

Потери при обезвоживании (X_1) в процентах вычисляют по формуле:

$$X_1 = \frac{(G - G_1) \cdot 100}{G},$$

где:

G — навеска препарата в *г;*

G_1 — вес прокаленного остатка в *г.*

2.4. Определение содержания нерастворимых в воде веществ

25 *г* препарата взвешивают с точностью до 0,01 *г*, растворяют в 100 *мл* дистиллированной воды (ГОСТ 6709—53) в стакане вместимостью 200 *мл* и фильтруют через фильтр-тигель типа ТПС-4 (ГОСТ 9775—61), предварительно высушенный до постоянного веса и взвешенный с точностью до 0,0002 *г*. Остаток на фильтре промывают 100 *мл* горячей воды и сушат в сушильном шкафу при 105—110°С до постоянного веса.

Препарат считают соответствующим стандарту, если вес высушенного остатка не будет превышать:

для препарата «чистый для анализа» — 1,2 *мг,*

для препарата «чистый» — 2,5 *мг.*

2.5. Определение содержания хлоридов

Определение проводят по ГОСТ 10671—63 (п.27) визуально-нефелометрическим методом или фотонефелометрическим методом для окрашенных солей (п. 28). Измерение проводят по отношению к контрольному раствору, содержащему 0,5 *г* препарата, 48 *мл* воды и 2 *мл* 25%-ного раствора азотной кислоты.

При этом 0,5 *г* препарата взвешивают с точностью до 0,01 *г,* помещают в колбу вместимостью 50 *мл* и растворяют в 40 *мл* воды Если раствор мутный, его фильтруют через беззольный фильтр тщательно промытый горячим 1%-ным раствором азотной кислоты, прибавляют 2 *мл* 25%-ного раствора азотной кислоты, 1 *мл* раствора азотнокислого серебра и перемешивают.

Препарат считают соответствующим стандарту, если наблюдаемая через 20 *мин* опалесценция испытуемого раствора будет не интенсивнее опалесценции эталонного раствора, приготовленного одновременно с испытуемым и содержащего в таком же объеме:

для препарата «чистый для анализа» — 0,005 *мг* Cl,

для препарата «чистый» — 0,025 *мг* Cl,

2 *мл* 25%-ного раствора азотной кислоты и 1 *мл* раствора азотнокислого серебра.

2.6. Определение содержания цинка (химический метод)

2.6.1. *Применяемые реактивы и растворы:*

аммоний роданистый по ГОСТ 3768—64, 10%-ный раствор;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—53;

кислота соляная по ГОСТ 3118—46, 0,5 н раствор;

кислота винная по ГОСТ 5817—55, 25%-ный раствор;

метиловый фиолетовый (индикатор), 0,05%-ный раствор; готовят по ГОСТ 4919—49;

раствор, содержащий Zn, готовят по ГОСТ 4212—62.

2.6.2. *Проведение испытания*

1 *г* препарата взвешивают с точностью до 0,01 *г*, растворяют в воде в мерной колбе (с притертой пробкой) вместимостью 500 *мл*, объем раствора доводят водой до метки и перемешивают.

В три пробирки типа ПХ (ГОСТ 10515—63) вместимостью 20—25 *мл* вносят: в первую 5 *мл* испытуемого раствора (соответствуют 0,01 *г* препарата); во вторую 0,0005 *мг* Zn, доводят объем водой до 5 *мл* и перемешивают; в третью 0,003 *мг* Zn, доводят объем водой до 5 *мл* и перемешивают.

Во все три пробирки прибавляют при перемешивании по 2,5 *мл* раствора соляной кислоты, 0,5 *мл* раствора метилового фиолетового, 0,5 *мл* раствора винной кислоты и 1 *мл* раствора роданистого аммония.

Препарат считают соответствующим стандарту, если наблюдаемая тотчас на фоне молочного стекла окраска испытуемого раствора не будет интенсивнее окраски фиолетового оттенка эталонного раствора, приготовленного одновременно с испытуемым и содержащего в таком же объеме:

для препарата «чистый для анализа» — 0,0005 *мг* Zn,

для препарата «чистый» — 0,003 *мг* Zn.

2.7. Определение содержания цинка (спектрографический арбитражный метод)

2.7.1. *Применяемые аппаратура, материалы, реактивы и растворы:*

спектрограф ИСП-22 или ИСП-28;

генератор ДГ-2 или ПС-39 (для поджига);

угольные электроды диаметром 6 *мм*, марки С-3.

В торце нижнего электрода высверливают лунку глубиной 4—5 *мм*, диаметром 4,5 *мм*. Верхний электрод затачивают на слегка притупленный конус;

источник постоянного тока на напряжение 200—300 *в*, мощностью не менее 3—5 *квт* (например, ртутный выпрямитель ВАРС 275—100);

источник света — дуга постоянного тока;

спектропроектор ПС-18;

микрофотометр МФ-2;

фотопластинки спектральные типа III, чувствительностью 5—6 ед. по ГОСТ 10691—63;

марганец сернокислый, не содержащий цинка;

раствор, содержащий 1 *мг/мл* цинка; готовят по ГОСТ 4212—62;

проявитель метол гидрохиноновый; готовят по ГОСТ 4217—65;

фиксаж; готовят по ГОСТ 4217—65.

2.7.2. *Приготовление эталонов*

Для приготовления каждого эталона берут 10 *г* сернокислого пятиводного марганца, не содержащего цинка, взвешивают с точностью до 0,01 *г*, помещают в агатовую ступку и прибавляют указанные ниже количества раствора, содержащего 1 *мг/мл* Zn:

I эталон для квалификации «чистый для анализа»—0,5 *мл*,

II эталон для квалификации «чистый» — 3 *мл*.

Содержимое ступки подсушивают в течение 1 *ч* при 100—120°С, затем перетирают пестиком в течение 1,5 *ч*. После этого эталон переносят в фарфоровую чашку и выдерживается в течение 1 *ч* в муфельной печи при 600°С, затем снова перетирают в агатовой ступке в течение 30 *мин*.

2.7.3. *Приготовление испытуемой пробы*

3—5 *г* препарата взвешивают с точностью до 0,01 *г*, помещают в фарфоровую чашку и выдерживают в муфельной печи при 500°С в течение 1 *ч*.

2.7.4. *Рекомендуемые условия съемки спектров проводят при следующих рабочих условиях:*

спектрограф ИСП-22 или ИСП-28;

ширина щели 0,015 *мм*;

освещение щели одним конденсором с фокусным расстоянием 75 *мм;* конденсор устанавливают на расстоянии 316 *мм* от щели;

источник света располагают на таком расстоянии от конденсора, чтобы на щели было его резкое изображение;

источник света — дуга постоянного тока;

сила тока в дуге — 8 *а*;

электрод с пробой подключается на анод;

фотопластинки спектральные типа III, чувствительностью 5—6 ед. по ГОСТ 10691—63, заряжаются в левый угол кассеты;

экспозиция — 60 *сек.*

2.7.5. *Проведение испытания*

Угольные электроды вставляют в штатив и обжигают в дуге постоянного тока в течение 10—15 *сек.* В лунку горячего нижнего электрода набивают испытуемую пробу, зажигают дугу и фотографируют спектр. Делают не менее двух параллельных снимков спектров испытуемой пробы и эталонов. После фотографической обработки фотопластинки рассматривают под спектропроектором, а если нужно, фотометрируют на микрофотометре.

Аналитическая спектральная линия Zn 2138,56 Å.

Препарат считают соответствующим стандарту, если почернения указанной выше линии в спектрах пробы не превышают таковые в спектрах эталонов.

2.8. Определение содержания тяжелых металлов сероводородной группы

2.8.1. *Применяемые реактивы и растворы:*

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—53;

вода сероводородная; готовят по ГОСТ 4517—65, свежеприготовленная;

кислота уксусная по ГОСТ 61—51, ледяная;

раствор, содержащий Pb, готовят по ГОСТ 4212—62;

раствор, содержащий Zn, готовят по ГОСТ 4212—62;

раствор сернокислого марганца, не содержащий тяжелых металлов; готовят следующим образом: 15 *г* препарата растворяют в 30 *мл* воды, прибавляют 0,9 *мл* уксусной кислоты, 10 *мл* сероводородной воды, перемешивают, доводят объем раствора водой до 45 *мл,* перемешивают и оставляют в покое. Через 18—20 *ч* раствор фильтруют через беззольный фильтр и для приготовления каждого эталонного раствора берут по 15 *мл* фильтрата.

2.8.2. *Проведение испытания*

5 *г* препарата взвешивают с точностью до 0,01 *г*, помещают в колбу вместимостью 50 *мл*, растворяют в 15 *мл* воды, прибавляют 0,3 *мл* уксусной кислоты, доводят объем раствора водой до 20 *мл*, прибавляют 5 *мл* сероводородной воды и перемешивают.

Препарат считают соответствующим стандарту, если наблюдаемая через 10 *мин* на фоне молочного стекла окраска испытуемого раствора будет не интенсивнее окраски эталонного раствора, приготовленного одновременно с испытуемым и содержащего в таком же объеме: 15 *мл* раствора сернокислого марганца, не содержащего тяжелых металлов, раствор, содержащий Zn в количестве, найденном в 5 *г* испытуемого препарата (см.п.2.6.1.).

для препарата «чистый для анализа» — 0,01 *мг* Pb,

для препарата «чистый» — 0,05 *мг* Pb,

и 5 *мл* сероводородной воды.

2.9. Определение содержания железа

Определение проводят по ГОСТ 10555—63 (п.18, *Б*) роданидным методом с предварительным окислением железа надсернокислым аммонием. При этом 1 *г* препарата взвешивают с точностью до 0,01 *г*, помещают в мерную колбу вместимостью 50 *мл*, растворяют в 20 *мл* воды, прибавляют 3 *мл* раствора соляной кислоты, 1 *мл* раствора надсернокислого аммония, 4 *мл* раствора роданистого аммония, доводят объем раствора водой до метки, перемешивают и через 5 *мин* измеряют величину оптической плотности испытуемого раствора по отношению к раствору сернокислого марганца такой же концентрации, как испытуемый раствор, но без роданистого аммония.

Из величины оптической плотности испытуемого раствора вычитают поправку на содержание железа в применяемых реактивах.

Затем, пользуясь калибровочным графиком, находят содержание железа в испытуемом растворе.

Препарат считают соответствующим стандарту, если содержание железа не будет превышать:

для препарата «чистый для анализа» — 0,005 *мг*,

для препарата «чистый» — 0,015 *мг*.

2.10. Определение содержания суммы кальция и натрия (пламенно-фотометрический метод)

2.10.1. *Применяемые приборы, оборудование, реактивы и растворы:*

пламенный фотометр типа Цейсс модели III или другой системы с набором интерференционных светофильтров для кальция и натрия, а также спектрофотометры для пламени, например, на основе ИСП-51 с приставкой ФЭП-1;

баллон с ацетиленом, снабженный редуктором;

игольчатые микровентили для тонкой регулировки подачи воздуха и газа;

компрессор марки ЗМА или баллон со сжатым воздухом:

манометр на 2 *атм* для измерения давления сжатого воздуха;

манометр водяной для измерения давления газа;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—53;

марганец сернокислый пятиводный по настоящему стандарту, «ч.д.а.», перекристаллизованный с установленным содержанием кальция и натрия, не более 0,2 *мг*/500 *мл* (содержание примесей натрия и кальция проверяют на монохроматоре по методу добавок);

растворы, содержащие натрий и кальций; готовят по ГОСТ 4212—62. Соответствующим разбавлением готовят раствор, содержащий 0,1 *мг/мл* Na и Ca.

2.10.2. *Подготовка раствора к испытанию*

2 *г* испытуемого препарата взвешивают с точностью до 0,01 *г*, помещают в мерную колбу вместимостью 500 *мл*, растворяют в 50 *мл* воды, объем раствора доводят водой до метки и тщательно перемешивают.

2.10.3. *Приготовление эталонных растворов*

Для приготовления эталонных растворов в пять мерных колб вместимостью 500 *мл* каждая помещают 50 *мл* воды, 2 *г* сернокислого пятиводного марганца с установленным содержанием натрия и кальция, взвешенных с точностью до 0,01 *г*, прибавляют указанные ниже количества натрия и кальция, объемы растворов доводят водой до метки и тщательно перемешивают.

I эталонный раствор (фоновый) без введения натрия и кальция. При наличии в фоновом растворе определяемых примесей вводят соответствующую поправку на их содержание в каждый эталонный раствор;

II эталонный раствор:

1 *мг* натрия, что соответствует 0,05% натрия в препарате;

1 *мг* кальция, что соответствует 0,05% кальция в препарате;

III эталонный раствор:

3 *мг* натрия, что соответствует 0,15% натрия в препарате,

3 *мг* кальция, что соответствует 0,15% кальция в препарате;

IV эталонный раствор:

5 *мг* натрия, что соответствует 0,25% натрия в препарате,

5 *мг* кальция, что соответствует 0,25% кальция в препарате;

V эталонный раствор:

7 *мг* натрия, что соответствует 0,35% натрия в препарате,

7 *мг* кальция, что соответствует 0,35% кальция в препарате.

При содержании натрия и кальция в испытуемом препарате в количествах больших, чем 0,35%, следует применять более разбавленные испытуемые и эталонные растворы. Вводимые в эталонные растворы количества кальция и натрия сохраняются такими же, как и в указанной выше шкале эталонов.

2.10.4. *Рекомендуемые условия фотометрирования*

Анализ проводят в воздушно-ацетиленовом пламени при следующих условиях:

диаметр сопла для жидкости — 0,5 *мм*;

давление воздуха — 0,4 *ати;*

давление ацетилена — 30—40 *мм вод. ст.;*

чувствительность гальванометра: при определении натрия — 10 X; при определении кальция — 1 X;

диафрагмирование пламени не производится.

2.10.5. *Подготовка прибора к испытанию*

Проверяют герметичность всех соединительных узлов подачи газа и воздуха. Резиновые трубки для сливания конденсационной жидкости должны быть плотно зажатыми. Включают компрессор, устанавливают давление воздуха по манометру при распылении воды. Открывают плавно газовый вентиль на линии подачи ацетилена, устанавливают рабочее давление газа по водяному манометру и зажигают горелку. Пламя должно быть спокойным и бесшумным. С помощью матового стекла юстируют изображение пламени. Засвечивают фотоэлемент при полном раскрытии ирисовой диафрагмы без светофильтра в течение 20 *мин* при положении регулятора чувствительности гальванометра 10X. Затем закрывают фотоэлемент и устанавливают рабочее положение ирисовой диафрагмы. Регулятор чувствительности переводят на положение IX и устанавливают нулевое значение гальванометра при закрытом фотоэлементе.

2.10.6. *Проведение испытания*

Определение содержания примесей натрия и кальция проводят по методу ограничивающих растворов.

После подготовки прибора к работе производят фотометрирование воды, взятой для приготовления испытуемого и эталонных растворов на примеси натрия и кальция и эталонных растворов, в порядке возрастания концентраций определяемых примесей, распыляя после каждого замера воду.

Так же поступают с испытуемым раствором.

Затем определяют, между какими двумя эталонами находится испытуемая проба.

После этого производят фотометрирование трех растворов: концентрация примеси в одном из эталонных растворов должна быть меньше концентрации ее в испытуемом растворе, а в другом — больше.

Фотометрирование проводят три раза, в порядке возрастания и убывания концентрации, и вычисляют среднее арифметическое значение из этих показаний, учитывая в качестве поправки показание гальванометра при фотометрировании фонового раствора.

Содержание примеси кальция и натрия в препарате (X_2) в процентах вычисляют по формуле:

$$X_2 = \left[C_1 + \frac{(C_2 - C_1)(A - A_1)}{A_2 - A_1} \right] \cdot \frac{100}{G \cdot 1000},$$

где:

A — показания гальванометра для испытуемого раствора;

A_1 и A_2 — показания гальванометра для двух эталонных растворов;

C_1 и C_2 — содержание определяемого элемента в двух эталонных растворах в *мг*/500 *мл* ($C_2 > C_1$);

G — навеска препарата в *г*/500 *мл*;

Полученные данные содержания натрия и кальция суммируют.

При изменении диаметра сопла для жидкости в распылителе или при замене деталей, например горелки или распылителя, соответственно подбирают давление газа и воздуха.

Все эталонные и исходные растворы, а также воду, применяемую для приготовления растворов, следует хранить в полиэтиленовой или кварцевой посуде.

При работе с горючими газами, и особенно с ацетиленом, следует руководствоваться инструкцией по технике безопасности

2.11. Определение содержания веществ, восстанавливающих [$KMnO_4$(O)]

2.11.1. *Применяемые реактивы и растворы:*

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—53;

калий марганцовокислый по ГОСТ 4527—65, 01 н раствор;

кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552—58;

кислота серная по ГОСТ 4204—66.

2.11.2. *Проведение испытания*

15 *г* препарата взвешивают с точностью до 0,01 *г*, растворяют в 200 *мл* воды. К раствору добавляют 3 *мл* серной кислоты, 3 *мл* ортофосфорной кислоты и

для препарата «чистый для анализа» — 0,1 *мл* раствора $KMnO_4$;

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

Розовая окраска должна сохраняться в течение 1 *мин*.

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

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

3. УПАКОВКА И МАРКИРОВКА

3.1. Препарат упаковывают и маркируют в соответствии с ГОСТ 3885—66.

Вид упаковки: Б-1, Б-3п, Б-5п, М-1, П-1.

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

Издательство стандартов. Москва К-1, ул. Щусева, 4
Сдано в наб. 3/V 1967 г. Подп. в печ. 30/VI 1967 г. 0,75 печ. л. Тир. 8000

Тип «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6 Зак. 1029