

ICS 71.060.50
G 12
备案号:18162—2006

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3817—2006

工业硝酸锰

Manganous nitrate for industrial use

2006-07-26 发布

2007-03-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

前 言

请注意本标准的某些内容有可能涉及专利。本标准的发布机构不应承担识别这些专利的责任。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会无机化工分会(SAC/TC63/SC1)归口。

本标准起草单位:天津化工研究设计院、湖南化学试剂总厂、重庆仙峰锶盐化工有限公司。

本标准主要起草人:赵美敬、彭国其、郑森、武莉莉。

工业硝酸锰

1 范围

本标准规定了工业硝酸锰的要求、试验方法、检验规则、标志、标签、包装、运输和贮存。

本标准适用于工业硝酸锰。该产品主要用作制二氧化锰的原料,也可用作金属磷化剂、陶瓷着色剂、催化剂等。

分子式: $\text{Mn}(\text{NO}_3)_2$

相对分子质量:178.94(根据 2001 年国际相对原子质量)

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 191—2000 包装储运图示标志(eqv ISO 780 : 1997)

GB/T 1250 极限数值的表示方法和判定方法

GB/T 3049—1986 化工产品中铁含量测定的通用方法 邻菲罗啉分光光度法(eqv ISO 6685 : 1982)

GB/T 6678 化工产品采样总则

GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法(eqv ISO 3696 : 1987)

GB/T 9724—1988 化学试剂 pH 值测定通则

HG/T 3696.1 无机化工产品化学分析用标准滴定溶液的制备

HG/T 3696.2 无机化工产品化学分析用杂质标准溶液的制备

HG/T 3696.3 无机化工产品化学分析用试剂及制品的制备

3 要求

3.1 外观:浅玫瑰红色透明液体。

3.2 工业硝酸锰应符合表 1 要求。

表 1 要求

项 目	指 标	
	一等品	合格品
硝酸锰 $[\text{Mn}(\text{NO}_3)_2]$ 质量分数/%	\geq 50.0	50.0
氯化物(以 Cl 计)质量分数/%	\leq 0.03	0.05
硫酸盐(以 SO_4 计)质量分数/%	\leq 0.01	0.05
铁(Fe)质量分数/%	\leq 0.01	0.02
pH 值(1+30 溶液, 25℃)	1.9~2.1	1.9~2.1
水不溶物质量分数/%	\leq 0.04	0.05

4 试验方法

4.1 安全提示

本试验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性,操作时须小心谨慎!如溅到皮肤上应立即用水冲洗,严重者应立即治疗。

4.2 一般规定

本标准所用试剂和水,在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和 GB/T 6682—1992 中规定的三级水。试验中所用标准滴定溶液、杂质标准溶液、制剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 HG/T 3696.1、HG/T 3696.2、HG/T 3696.3 之规定制备。

4.3 硝酸锰含量的测定

4.3.1 硝酸铵氧化还原法(仲裁法)

4.3.1.1 方法提要

试样在硫磷酸混合液条件下加入硝酸铵,硝酸铵将样品中的二价锰定量氧化成三价锰,以邻苯基苯甲酸溶液作为指示液,用硫酸亚铁铵标准滴定溶液滴定。

4.3.1.2 试剂

4.3.1.2.1 硝酸铵。

4.3.1.2.2 硫磷酸混合液:于 100 mL 水中徐徐加入 150 mL 浓硫酸和 150 mL 磷酸,摇匀,冷却至室温,用高锰酸钾溶液调至微红色。

4.3.1.2.3 邻苯基苯甲酸溶液:1 g/L。

4.3.1.2.4 硫酸亚铁铵标准滴定溶液: $c[\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2] \approx 0.1 \text{ mol/L}$ 。

4.3.1.3 分析步骤

称取约 0.4 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于 300 mL 锥形瓶中,加 10 mL 硫磷酸混合液,于通风橱内在电炉上加热至冒白烟(温度约 240 ℃)加 2 g 硝酸铵,用吸耳球将瓶内产生的氧化氮气体赶尽,冷却,用水稀释至 100 mL,摇匀,加 2 滴~3 滴邻苯基苯甲酸溶液作为指示液,用硫酸亚铁铵标准滴定溶液滴定至试样溶液由紫红色变为亮绿色为终点。

4.3.1.4 结果计算

硝酸锰含量以硝酸锰 $[\text{Mn}(\text{NO}_3)_2]$ 的质量分数 w_1 计,数值以%表示,按公式(1)计算:

$$w_1 = \frac{(V/1000)cM}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

V ——滴定时所消耗的硫酸亚铁铵标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——硫酸亚铁铵标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——试样质量的数值,单位为克(g);

M ——硝酸锰 $[\text{Mn}(\text{NO}_3)_2]$ 的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=178.9$)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.2 %。

4.3.2 络合滴定法

4.3.2.1 方法提要

试样在碱性条件下,以铬黑 T 作为指示剂,用乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液滴定,溶液由紫红色变为纯蓝色,即为终点。

4.3.2.2 试剂

4.3.2.2.1 盐酸羟胺溶液:100 g/L。

4.3.2.2.2 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液: $c(\text{EDTA}) \approx 0.05 \text{ mol/L}$ 。

4.3.2.2.3 氨-氯化铵缓冲溶液甲:pH ≈ 10 。

4.3.2.2.4 铬黑 T 指示液:5 g/L 乙醇溶液。

4.3.2.3 分析步骤

称取约 0.25 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于 250 mL 锥形瓶中。加入 100 mL 水及 2 mL 盐酸羟胺溶液,用乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液滴定。近终点时加入 10 mL 氨-氯化铵缓冲溶液甲及 5 滴铬黑 T 指示液,继续滴定至溶液由紫红色变为纯蓝色,即为终点。

4.3.2.4 结果计算

硝酸锰含量以硝酸锰 $[\text{Mn}(\text{NO}_3)_2]$ 的质量分数 w_1 计,数值以%表示,按公式(2)计算:

$$w_1 = \frac{(V/1000)cM}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

V ——滴定时所消耗的乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——试样质量的数值,单位为克(g);

M ——硝酸锰 $[\text{Mn}(\text{NO}_3)_2]$ 的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=178.9$)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.2 %。

4.4 氯化物含量的测定

4.4.1 方法提要

试样溶解后,在硝酸介质中加硝酸银溶液与氯离子生成白色的氯化银悬浊液,以目视比浊法与同时同样处理的标准比浊溶液进行对比。

4.4.2 试剂

4.4.2.1 硝酸溶液:1+9。

4.4.2.2 硝酸银溶液:4 g/L。

4.4.2.3 氯化物标准溶液:1 mL 溶液含氯(Cl)0.10 mg。

移取 10.00 mL 按 HG/T 3696.2 要求配制的氯化物标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

4.4.3 分析步骤

称取 (1.00 ± 0.01) g 试样,置于 100 mL 比色管中,加入 40 mL 水、2 mL 硝酸溶液及 1 mL 硝酸银溶液,用水稀释至刻度,轻轻摇匀,于暗处静置 10 min。所产生的白色混浊不得深于标准比浊溶液。

标准比浊溶液是按下列规定移取氯化物标准溶液,与试样同时同样处理。

一等品:3.00 mL;合格品:5.00 mL。

4.5 硫酸盐含量的测定

4.5.1 方法提要

试样在酸性介质中加入氯化钡溶液,产生白色硫酸钡沉淀,以目视比浊法与同时同样处理的标准比浊溶液进行对比。

4.5.2 试剂

4.5.2.1 甲醛溶液:1+2。

4.5.2.2 盐酸溶液:1+3。

4.5.2.3 二水氯化钡溶液:100 g/L。

4.5.2.4 硫酸盐标准溶液:1 mL 溶液含有硫酸盐(SO_4)0.10 mg。

移取 10.00 mL 按 HG/T 3696.2 要求配制的硫酸盐标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

4.5.3 分析步骤

称取 (1.00 ± 0.01) g 试样,置于 150 mL 烧杯中。加入 20 mL 水、15 mL 甲醛溶液及 5 mL 盐酸溶

液,盖以表面皿,让其反应放出氧化氮气体(必要时置水浴上小心加热)。待反应结束后,全部转移至瓷蒸发皿中,在电炉上缓慢加热至蒸干。将残渣溶于 20 mL 水中,过滤,并将滤液和洗液全部转移至 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。用移液管移取 50 mL 上述溶液,置于 100 mL 比色管中,加入 1 mL 盐酸溶液,在 30℃~35℃ 条件下保温 10min 后,加入 3 mL 二水氯化钡溶液,用水稀释至刻度,摇匀,放置 30min。所产生的白色混浊不得深于标准比浊溶液。

标准比浊溶液是按下列规定移取硫酸盐标准溶液,与试料同时同样处理。

一等品:0.50 mL;合格品:2.50 mL。

4.6 铁含量的测定

4.6.1 方法提要

同 GB/T 3049—1986 第 2 章。

4.6.2 试剂

同 GB/T 3049—1986 第 3 章。

4.6.3 仪器、设备

分光光度计;配有 1 cm 的比色皿。

4.6.4 分析步骤

4.6.4.1 工作曲线的绘制

按 GB/T 3049—1986 第 5.3 条的规定,使用 1 cm 比色皿及相应的标准溶液和用量,绘制工作曲线。

4.6.4.2 测定

称取约 1 g 试样,精确至 0.01 g,置于 100 mL 烧杯中,以下按 GB/T 3049—1986 第 5.4 条从“必要时,加水至 60 mL……”开始进行操作。同时同样处理空白试验溶液。从工作曲线上查出试验溶液和空白试验溶液中铁的质量。

4.6.5 结果计算

铁含量以铁(Fe)的质量分数 w_2 计,数值以%表示,按公式(3)计算:

$$w_2 = \frac{(m_1 - m_2) / 1000}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

m_1 ——从工作曲线上查出的试验溶液中铁的质量的数值,单位为毫克(mg);

m_2 ——从工作曲线上查出的空白试验溶液中铁的质量的数值,单位为毫克(mg);

m ——试料质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.002 %。

4.7 pH 值的测定

4.7.1 仪器、设备

酸度计;精度为 0.02pH。

4.7.2 分析步骤

量取 5 mL 试样,置于 250 mL 烧杯中,加入 150 mL 约 25℃ 的无二氧化碳的水,以下按 GB/T 9724—1988 的规定进行测定。

4.8 水不溶物含量的测定

4.8.1 方法提要

将试样溶解于水中,将不溶物过滤,置于电热恒温干燥箱中烘至恒重,计算其水不溶物含量。

4.8.2 仪器、设备

4.8.2.1 电热恒温干燥箱:温度能控制在 100℃~105℃。

4.8.2.2 玻璃砂坩埚:孔径 5 μm~15 μm。

4.8.3 分析步骤

称取约 50 g 试样,精确至 0.01 g,置于 250 mL 烧杯中,加入 100 mL 水,盖上表面皿,在沸水浴上保温 1 h。用已恒重的玻璃砂坩埚过滤,用热水洗涤滤渣 4 次,每次用水约 30 mL。将玻璃砂坩埚和水不溶物置于 100 ℃~105 ℃电热恒温干燥箱中烘至恒重。

4.8.4 结果计算

水不溶物含量以质量分数 w_3 计,数值以 % 表示,按公式(4)计算:

$$w_3 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

m_1 ——玻璃砂坩埚和水不溶物的质量的数值,单位为克(g);

m_2 ——玻璃砂坩埚的质量的数值,单位为克(g);

m ——试样质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.005 %。

5 检验规则

5.1 本标准规定的六项指标为出厂检验项目,应逐批检验。

5.2 生产企业用相同材料,基本相同的生产条件,连续生产或同一班组生产的同一级别的工业硝酸锰为一批。每批产品不超过 5 t。

5.3 按 GB/T 6678 的规定确定采样单元数。采样时,将桶内产品混匀,用玻璃采样管插入至桶深的 3/4 处采样。待样品充满后将上端封闭,取出。所采样品不得少于 500 g。将采得的样品混匀后,分装于两个清洁干燥的聚乙烯塑料瓶中,密封。瓶上粘贴标签,注明:生产厂名、产品名称、等级、批号、采样日期和采样者姓名。一份作为实验室样品,另一份保存备查,保留时间由生产厂根据实际需要确定。

5.4 工业硝酸锰应由生产厂的质量监督检验部门按照本标准的规定进行检验。生产厂应保证每批出厂的产品都符合本标准的要求。

5.5 检验结果如有指标不符合本标准要求时,应重新自两倍量的包装中采样进行复验,复验结果即使只有一项指标不符合本标准的要求时,则整批产品为不合格。

5.6 采用 GB/T 1250 规定的修约值比较法判定检验结果是否符合标准。

6 标志、标签

6.1 工业硝酸锰包装上应有牢固清晰的标志,内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、商标、等级、净含量、批号或生产日期、本标准编号及 GB/T 191—2000 中规定的“怕晒”、“怕雨”标志。

6.2 每批出厂的工业硝酸锰都应附有质量证明书。内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、商标、等级、净含量、批号或生产日期、产品质量符合本标准的证明和本标准编号。

7 包装、运输、贮存

7.1 工业硝酸锰采用聚乙烯塑料桶包装。每桶净含量为 25 kg 或 40 kg。

7.2 工业硝酸锰包装桶内盖盖严,外盖旋紧。

7.3 工业硝酸锰在运输过程中应有遮盖物,避免阳光直晒。

7.4 工业硝酸锰应贮存在阴凉干燥处,防止雨淋、受潮。

7.5 工业硝酸锰在符合标准包装、运输、贮存条件下,自生产之日起保质期为 12 个月。