

备案号:2767—1999

HG/T 2962—1999

前 言

本标准主要参考原化工行业标准 HG/T 2962—1986《工业硫酸锰》并依据目前国内生产实际情况和用户要求制定。

本标准与 HG/T 2962—1986 比较作了如下修改:

1 增加了以 Mn 计的硫酸锰主含量项目,多数用户有此要求。

2 氯化物指标略有放宽,使得在不影响使用的前提下,降低了生产成本。试验方法由电位滴定法改为氯化银比浊法,操作简便准确。

3 pH 值指标范围作了适当调整,使之更符合产品本身的特性,并有利于工业生产控制。

本标准生效之日起,同时代替 HG/T 2962—1986。

本标准由中华人民共和国原化学工业部技术监督司提出。

本标准由化工部无机盐产品标准化技术归口单位归口。

本标准起草单位:化工部天津化工研究院、长沙旭华化工厂、长沙沿江化工厂。

本标准主要起草人:范国强、谢志强、赵兴年。

本标准 1986 年 5 月首次发布为国家标准,1992 年由国家标准调整为推荐性化工行业标准。

本标准委托化工部无机盐产品标准化技术归口单位负责解释。

中华人民共和国化工行业标准

工业硫酸锰

Manganous sulphate for industrial use

HG/T 2962—1999

代替 HG/T 2962—1986

1 范围

本标准规定了工业硫酸锰的要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存。

本标准适用于工业硫酸锰,该产品主要用途为油墨、油漆、涂料催干剂的合成原料,合成脂肪酸的催化剂及其他锰盐原料。

分子式: $\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$

相对分子质量: 169.01 (按 1995 年国际相对原子质量)

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 601—1988 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

GB/T 602—1988 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备(neq ISO 6353-1:1982)

GB/T 603—1988 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备(neq ISO 6353-1:1982)

GB/T 1250—1989 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(neq ISO 6685:1982)

GB/T 6678—1986 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 8946—1988 塑料编织袋

3 要求

3.1 外观:白色、略带粉红色的结晶粉末。

3.2 工业硫酸锰应符合表 1 要求。

表 1 要求

指标项目	指 标
硫酸锰($\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$)/%	≥ 98.0
(以 Mn 计)/%	≥ 31.8
铁(Fe)/%	≤ 0.004
氯化物(Cl)/%	≤ 0.005
水不溶物/%	≤ 0.05
pH	5.0~6.5

国家石油和化学工业局 1999-04-20 批准

2000-04-01 实施

4 试验方法

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 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 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 规定制备。

4.1 硫酸锰含量的测定

4.1.1 方法提要

在磷酸介质中,于 220℃~240℃下用硝酸铵将试料中的二价锰定量氧化成三价锰,以 *N*-苯代邻氨基苯甲酸作指示剂,用硫酸亚铁铵标准滴定溶液滴定。

4.1.2 试剂和材料

4.1.2.1 磷酸。

4.1.2.2 硝酸铵。

4.1.2.3 无水碳酸钠。

4.1.2.4 *N*-苯代邻氨基苯甲酸指示液:2 g/L 溶液。称取 0.2 g *N*-苯代邻氨基苯甲酸,溶于少量水中,加 0.2 g 无水碳酸钠,低温加热溶解后加水至 100 mL,摇匀。

4.1.2.5 硫磷混合酸:于 700 mL 水中徐徐加入 150 mL 硫酸及 150 mL 磷酸,摇匀,冷却。

4.1.2.6 重铬酸钾标准溶液: $c(1/6K_2Cr_2O_7)$ 约为 0.1 mol/L。准确称取在 120℃烘至恒重的基准重铬酸钾约 4.9 g(精确至 0.000 2 g)。置于 1 000 mL 容量瓶中,加适量水溶解后,稀释至刻度,摇匀。

4.1.2.7 硫酸亚铁铵标准滴定溶液: $c[Fe(NH_4)_2(SO_4)_2]$ 约为 0.1 mol/L。硫酸亚铁铵标准滴定溶液的标定应与样品测定同时进行。

配制:称取 40 g 硫酸亚铁铵,溶于 300 mL(1+4)硫酸溶液中,加 700 mL 水,摇匀。

标定:移取 25 mL 重铬酸钾标准溶液,加 10 mL 硫磷混合酸,加水至 100 mL。用硫酸亚铁铵标准滴定溶液滴定至橙黄色消失。加入 2 滴 *N*-苯代邻氨基苯甲酸指示液,继续滴定至溶液显亮绿色即为终点。硫酸亚铁铵标准滴定溶液的摩尔浓度 c 按式(1)计算:

$$c = \frac{V_1 m}{49.03 V} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中: m ——称取重铬酸钾的实际质量,g;

49.03——重铬酸钾($1/6K_2Cr_2O_7$)的摩尔质量,g;

V_1 ——移取重铬酸钾标准溶液的体积,mL;

V ——滴定中消耗硫酸亚铁铵标准滴定溶液的体积,mL。

4.1.3 分析步骤

称取约 0.5 g 试样(精确至 0.000 2 g)。置于 500 mL 锥形瓶中,用少量水润湿。加入 20 mL 磷酸,摇匀后加热煮沸,至液面平静并微冒白烟(此时温度为 220℃~240℃),移离热源,立即加入 2 g 硝酸铵并充分摇匀,让黄烟逸尽。冷却至约 70℃后,加 100 mL 水,充分摇动,使盐类溶解,冷却至室温。用硫酸亚铁铵标准滴定溶液滴定至浅红色,加入 2 滴 *N*-苯代邻氨基苯甲酸指示液,继续滴定至溶液由红色变为亮黄色即为终点。

4.1.4 分析结果的表述

以质量百分含量表示的硫酸锰($MnSO_4 \cdot H_2O$)含量(X_1)按式(2)计算:

$$X_1 = \frac{cV \times 0.1690}{m} \times 100 = \frac{cV \times 16.9}{m} \quad \dots\dots\dots (2)$$

以质量百分含量表示的硫酸锰(以 Mn 计)含量(X_2)按式(3)计算:

$$X_2 = \frac{cV \times 0.05494}{m} \times 100 = \frac{cV \times 5.494}{m} \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中: c ——硫酸亚铁铵标准滴定溶液的实际浓度,mol/L;

V ——滴定中消耗的硫酸亚铁铵标准滴定溶液的体积, mL;

m ——试料的质量, g;

0.169 0——与 1.00 mL 硫酸亚铁铵标准滴定溶液 $\{c[\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2]=1.000 \text{ mol/L}\}$ 相当的以克表示的硫酸锰的质量;

0.054 94——与 1.00 mL 硫酸亚铁铵标准滴定溶液 $\{c[\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2]=1.000 \text{ mol/L}\}$ 相当的以克表示的锰的质量。

4.1.5 允许差

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 0.5% (以锰计不大于 0.2%)。

4.2 铁含量的测定

4.2.1 方法提要

同 GB/T 3049—1986 第 2 章。

4.2.2 试剂和材料

同 GB/T 3049—1986 第 3 章。

4.2.3 仪器、设备

同 GB/T 3049—1986 第 4 章。

4.2.4 分析步骤

4.2.4.1 工作曲线的绘制

按 GB/T 3049—1986 的 5.3 规定, 使用 3 cm 吸收池及相应的铁标准溶液用量, 绘制工作曲线。

4.2.4.2 试验溶液的制备

称取约 1g 试样(精确至 0.01 g), 置于 100 mL 烧杯中。加少量水润湿, 加 5 mL 盐酸, 煮沸溶解, 冷却至室温, 全部移入 100 mL 容量瓶中。

4.2.4.3 空白试验溶液的制备

除不加试样外, 其余同试验溶液的制备。

4.2.4.4 测定

按 GB/T 3049—1986 的 5.4 规定, 从“必要时加水至约 60 mL”开始对试验溶液和空白试验溶液进行操作。

4.2.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的铁(Fe)含量(X_3)按式(4)计算:

$$X_3 = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-3}}{m} \times 100 = \frac{(m_1 - m_0)}{10 m} \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中: m_1 ——根据测得的试验溶液吸光度从工作曲线上查出的铁量, mg;

m_0 ——根据测得的空白试验溶液吸光度从工作曲线上查出的铁量, mg;

m ——试料的质量, g。

4.2.6 允许差

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 0.001%。

4.3 氯化物含量的测定

4.3.1 方法提要

在硝酸介质中, 加入硝酸银溶液与溶液中氯离子生成难溶的氯化银, 使溶液混浊。用目视比浊法进行限量检验。

4.3.2 试剂和材料

4.3.2.1 硝酸溶液: 1+2;

4.3.2.2 硝酸银溶液: 17 g/L;

4.3.2.3 氯化物标准溶液:1 mL 含 0.1 mg Cl。

4.3.3 仪器设备

比色管:50 mL,带 25 mL 刻度。

4.3.4 分析步骤

称取(1.0±0.1) g 试样,置于比色管中,加水溶解,稀释至 25 mL。加 2 mL 硝酸溶液、1 mL 硝酸银溶液。摇匀。放置 10 min。所呈浊度不得大于标准。

标准是取 0.5 mL 氯化物标准溶液与样品同时同样处理。

4.4 水不溶物含量的测定

4.4.1 试剂和材料

氯化钡溶液:100 g/L。

4.4.2 仪器、设备

玻璃砂坩埚:滤板孔径 5 μm~15 μm。

4.4.3 分析步骤

称取约 10 g 试样(精确至 0.01 g)。置于 150 mL 烧杯中。加入 100 mL 除去二氧化碳的沸水溶解。用已于 105℃~110℃下干燥至恒重的玻璃砂坩埚过滤,用热水洗涤至无硫酸银为止(用氯化钡溶液检查),于 105℃~110℃下干燥至恒重。

4.4.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的水不溶物含量(X_4)按式(5)计算:

$$X_4 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(5)$$

式中: m_1 ——玻璃砂坩埚和水不溶物的质量,g;

m_2 ——玻璃砂坩埚的质量,g;

m ——试料的质量,g。

4.4.5 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。平行测定结果的绝对差值不大于 0.01%。

4.5 pH 值的测定

4.5.1 方法提要

将样品溶解于一定量水中,用酸度计测定溶液的 pH 值。

4.5.2 仪器设备

酸度计:分度值为 0.2 pH 单位,配有 pH 电极和甘汞电极。

4.5.3 分析步骤

称取(5.0±0.1) g 试样,溶解于 50 mL 刚煮沸的水中,冷却后,用酸度计测定 pH 值。

4.5.4 允许差

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

5 检验规则

5.1 本标准规定的所有项目为出厂检验项目。

5.2 每批产品不超过 50 t。

5.3 按照 GB/T 6678—1986 中 6.6 规定确定采样单元数。每一包装袋为一个采样单元。采样时,用采样器从包装袋的上方斜插至料层的四分之三处采样。将所取样品混合均匀。用四分法缩分到约 500 g,立即装入两个清洁、干燥的广口瓶中密封,瓶上粘贴标签,注明生产厂名、产品名称、批号、采样日期和采样者姓名。一瓶作为实验室样品,另一瓶保存三个月备查。

5.4 工业硫酸锰由生产厂的质量监督检验部门按本标准规定进行检验。生产厂应保证每批出厂产品

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

5.5 按 GB/T 1250—1989 中 5.2 规定的修约值比较法判定试验结果是否符合标准。

6 标志、包装、运输、贮存

6.1 工业硫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、净含量、本标准编号。

6.2 每批出厂的产品都应有质量证明书。内容包括生产厂名、厂址、产品名称、商标、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。

6.3 工业硫酸锰采用塑料编织袋包装。内衬一层聚乙烯薄膜袋,厚度不小于 0.07 mm。外袋为聚乙烯塑料编织袋包装,符合 GB/T 8946 规定的相应型号要求。每袋净含量为 25 kg、50 kg。

6.4 内袋用维尼龙绳或其质量相当的绳人工扎口,或用与其相当的其他方式封口;外袋在距袋边不小于 30 mm 处折边,在距袋边不小于 15 mm 处用维尼龙线或其他质量相当的线缝口,针距均匀,无漏缝和跳线现象。

6.5 工业硫酸锰产品运输和贮存时应注意防止日晒、雨淋。
