

ICS 71.040.30
G 62
备案号:13247—2004

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3467—2003
代替 HG/T 3467—1977

化学试剂 50%硝酸锰溶液

Chemical reagent
Manganous nitrate, 50% solution

2004-01-09 发布

2004-05-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

前 言

本标准给出分析纯、化学纯二个级别。

本标准代替 HG/T 3467—1977。

本标准与 HG/T 3467—1977 相比主要变化如下：

——锌测定取消化学分析法，保留火焰原子吸收光谱法。

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化学试剂分会归口。

本标准起草单位：北京化学试剂研究所、上海恒信化学试剂有限公司。

本标准主要起草人：郝玉林、王素芳、孙筱林、徐萍。

本标准于 1960 年首次发布，于 1977 年第一次修订。

化 学 试 剂

50%硝酸锰溶液

分子式: $\text{Mn}(\text{NO}_3)_2$

相对分子质量: 178.95 (根据 1997 年国际相对原子质量)

1 范围

本标准规定了化学试剂 50% 硝酸锰溶液的规格、试验方法、检验规则和包装及标志。

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。凡是注明日期的引用文件,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。凡是不注明日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用试剂及制品的制备

GB/T 619 化学试剂 采样及验收规则

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

GB/T 9723—1988 化学试剂 火焰原子吸收光谱法通则(eqv ISO 6353-1: 1982)

GB/T 9738 化学试剂 水不溶物测定通用方法(eqv ISO 6353-1: 1982)

GB 15346 化学试剂 包装及标志

3 性状

本试剂为淡红色的液体,溶于醇。

4 规格

化学试剂 50% 硝酸锰溶液应符合表 1 的规格。

表 1

项 目	分 析 纯	化 学 纯
含量 $[\text{Mn}(\text{NO}_3)_2]$, %	49.0~51.0	49.0~51.0
水不溶物, %	≤ 0.005	0.01
氯化物(Cl), %	≤ 0.001	0.002
硫酸盐(SO_4), %	≤ 0.01	0.04
铁(Fe), %	≤ 0.000 5	0.002
锌(Zn), %	≤ 0.02	0.05
重金属(以 Pb 计), %	≤ 0.001	0.002
碱金属及碱土金属(以硫酸盐计), %	≤ 0.10	0.25
注:表中“%”指质量分数。		

5 试验方法

本章中除另有规定外,所用标准滴定溶液、标准溶液、试剂及制品,均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 的规定制备,实验用水应符合 GB/T 6682 中三级水规格,样品量取均精确至 0.1 mL。

5.1 含量

称取 0.5 g (0.4 mL) 样品(精确至 0.000 1 g)。加 100 mL 水及 100 g/L 氯化羟胺溶液 2 mL,用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液 [$c(\text{EDTA})=0.05 \text{ mol/L}$] 滴定,近终点时加 $\text{pH}\approx 10$ 氨-氯化铵缓冲溶液甲 10 mL 及 5 g/L 铬黑 T 指示液 5 滴,继续滴定至溶液由紫红色变为纯蓝色。

硝酸锰的质量分数 W , 数值以“%”表示,按式(1)计算:

$$W = \frac{VcM}{m \times 1000} \times 100 \quad \text{..... (1)}$$

式中:

V ——乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液体积的准确数值,单位为毫升(mL);

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

M ——硝酸锰摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol) [$M[\text{Mn}(\text{NO}_3)_2]=179.0$];

m ——样品质量的准确数值,单位为克(g)。

5.2 水不溶物

量取 40 mL (50 g) 样品,加 100 mL 水,在水浴上保温 1 h 后,按 GB/T 9738 的规定测定。

5.3 氯化物

量取 0.8 mL (1 g) 样品,加 20 mL 水(必要时过滤),加 25% 硝酸溶液 2 mL 及 17 g/L 硝酸银溶液 1 mL,稀释至 25 mL,摇匀,放置 10 min。溶液所呈浊度不得大于标准比浊溶液。

标准比浊溶液的制备是取含下列数量的氯化物标准溶液:

分析纯.....0.01 mg Cl₂;

化学纯.....0.02 mg Cl₂。

与样品同时同样处理。

5.4 硫酸盐

量取 0.4 mL (0.5 g) 样品,加 20 mL 水、2 mL 甲醛溶液及 2 mL 盐酸,摇匀,温热至反应停止,在水浴上蒸干,残渣溶于水,稀释至 50 mL。取 10 mL,加 95% 乙醇 5 mL、10% 盐酸溶液 1 mL,在不断振荡下滴加 250 g/L 氯化钡溶液 3 mL,稀释至 25 mL,摇匀,放置 10 min。溶液所呈浊度不得大于标准比浊溶液。

标准比浊溶液的制备是取含下列数量的硫酸盐标准溶液:

分析纯.....0.01 mg SO₄;

化学纯.....0.04 mg SO₄。

稀释至 10 mL,与同体积试液同时同样处理。

5.5 铁

量取 0.8 mL (1 g) 样品,稀释至 25 mL,加 1 mL 盐酸、30 mg 过硫酸铵及 250 g/L 硫氰酸铵溶液 2 mL,用 10 mL 正丁醇萃取。有机相所呈红色不得深于标准比色溶液。

标准比色溶液的制备是取含下列数量的铁标准溶液:

分析纯.....0.005 mg Fe;

化学纯.....0.020 mg Fe。

与样品同时同样处理。

5.6 锌

按 GB/T 9723—1988 的规定测定。

5.6.1 仪器条件

光源: 锌空心阴极灯。

波长: 213.9 nm。

火焰: 乙炔-空气。

5.6.2 测定

量取 0.8 mL (1 g) 样品, 稀释至 100 mL。取 10 mL, 共四份。按 GB/T 9723—1988 中 6.2.2 的规定测定。

5.7 重金属

5.7.1 不含重金属的硝酸锰溶液的制备

量取 4 mL (5 g) 样品, 稀释至 70 mL, 加热至约 80℃, 加 5% 乙酸溶液 5 mL 及 20 mL 新制备的饱和硫化氢水溶液, 摇匀, 放置 12 h~18 h, 过滤, 煮沸, 冷却, 稀释至 100 mL。

5.7.2 测定

量取 0.8 mL (1 g) 样品, 加 5% 乙酸溶液 1 mL, 稀释至 20 mL, 加 95% 乙醇 10 mL、10 mL 新制备的饱和硫化氢水溶液, 摇匀, 放置 10 min。溶液所呈暗色不得深于标准比色溶液。

标准比色溶液的制备是取 20 mL 不含重金属的硝酸锰溶液及含下列数量的铅标准溶液:

分析纯.....0.01 mg Pb;

化学纯.....0.02 mg Pb。

与同体积试液同时同样处理。

5.8 碱金属及碱土金属

量取 1.6 mL (2 g) 样品, 加 90 mL 无二氧化碳的水, 煮沸, 加 10 mL 无碳酸盐的氨水, 于 60℃~70℃ 通入硫化氢, 使锰沉淀完全, 在水浴上加热至沉淀完全变为绿色。冷却, 稀释至 100 mL, 过滤, 取 50 mL, 置于已在 800℃±50℃ 的高温炉中灼烧至恒量的蒸发皿中, 加 20% 硫酸溶液 2 mL, 在水浴上蒸发近干, 加热至硫酸蒸气逸尽, 于 800℃±50℃ 的高温炉中灼烧至恒量。残渣质量不得大于:

分析纯.....1.0 mg;

化学纯.....2.5 mg。

6 检验规则

按 GB/T 619 的规定进行采样及验收。

7 包装及标志

按 GB 15346 的规定进行包装、贮存与运输, 并给出标志。

包装单位: 第 4 类。

内包装形式: NBY-20、NBY-21、NBY-23、NBY-24、NBY-26、NBY-27、NBY-28、NBY-29。

隔离材料: GC-2、GC-3、GC-4。

外包装形式: WB-1。