

中华人民共和国石油化学工业部
部 标 准

HG 3—1065—77

化 学 试 剂
50 % 硝 酸 锰 溶 液

代替 HGB 3256—60

本试剂为淡粉红色的液体,溶于醇。

分子式: $\text{Mn}(\text{NO}_3)_2$

分子量:178.95(按 1975 年国际原子量)

一、技 术 条 件

1. $\text{Mn}(\text{NO}_3)_2$ 含量:

分析纯、化学纯 49.0~51.0%。

2. 杂质最高含量(指标以%计):

名 称	分 析 纯	化 学 纯
(1) 水不溶物	0.005	0.01
(2) 氯化物(Cl)	0.001	0.002
(3) 硫酸盐(SO_4)	0.01	0.04
(4) 铁(Fe)	0.0005	0.002
(5) 锌(Zn)	0.02	0.05
(6) 重金属(以 Pb 计)	0.001	0.002
(7) 碱金属及碱土金属(硫酸盐)	0.10	0.25

二、检 验 规 则

按 GB 619—77 之规定进行取样及验收。

三、试 验 方 法

测定中所需标准溶液、杂质标准液、制剂及制品按 GB 601—77、GB 602—77、GB 603—77 之规定制备。

1. $\text{Mn}(\text{NO}_3)_2$ 含量测定:称取 0.5 克(0.4 毫升)样品,称准至 0.0002 克。加 100 毫升水及 2 毫升 10%盐酸羟胺溶液,用 0.05M 乙二胺四乙酸二钠标准溶液滴定,近终点时加 10 毫升氨-氯化铵缓冲溶液甲(pH10)及 5 滴 0.5%铬黑 T 指示液,继续滴定至溶液由紫红色变为纯蓝色。

$\text{Mn}(\text{NO}_3)_2$ 含量%(X)按下式计算:

$$X = \frac{V \cdot C \times 0.1790}{G} \times 100$$

中华人民共和国石油化学工业部 发布
辽宁省石油化工局 提出

1978 年 10 月 1 日 实施
沈阳市新城化工厂 起草

式中： V ——乙二胺四乙酸二钠标准溶液之用量，毫升；

C ——乙二胺四乙酸二钠标准溶液之克分子浓度， M ；

G ——样品重量，克；

0.1790——每毫克分子 $Mn(NO_3)_2$ 之克数。

2. 杂质测定：样品须量准至 0.1 毫升。

(1) 水不溶物：量取 40 毫升(50 克)样品，注入 100 毫升水中，在水浴上保温 1 小时，用恒重的 4 号玻璃滤坩过滤，以热水洗涤滤渣至洗液无硝酸盐反应。于 $105\sim 110^\circ C$ 烘至恒重，残渣重量不得大于：

分析纯 2.5 毫克；

化学纯 5.0 毫克。

(2) 氯化物：量取 0.8 毫升(1 克)样品，加 25 毫升水(必要时过滤)、2 毫升 5N 硝酸及 1 毫升 0.1N 硝酸银，摇匀，放置 10 分钟。所呈浊度不得大于标准。

标准是取下列数量的 Cl ：

分析纯 0.01 毫克；

化学纯 0.02 毫克。

稀释至 25 毫升，与同体积样品溶液同时同样处理。

(3) 硫酸盐：量取 0.4 毫升(0.5 克)样品，加 20 毫升水、2 毫升甲醛溶液及 2 毫升盐酸，摇匀，温热至反应停止，在水浴上蒸干，溶于水，稀释至 50 毫升。取 10 毫升，加 5 毫升 95%乙醇，1 毫升 3N 盐酸，在不断振摇下滴加 3 毫升 25%氯化钡溶液，稀释至 25 毫升，摇匀，放置 10 分钟。所呈浊度不得大于标准。

标准是取下列数量的 SO_4 ：

分析纯 0.01 毫克；

化学纯 0.04 毫克。

稀释至 10 毫升，与同体积样品溶液同时同样处理。

(4) 铁：量取 0.8 毫升(1 克)样品，稀释至 25 毫升，加 1 毫升盐酸，30 毫克过硫酸铵及 2 毫升 25%硫氰酸铵溶液，用 10 毫升正丁醇萃取，有机层所呈红色不得深于标准。

标准是取下列数量的 Fe ：

分析纯 0.005 毫克；

化学纯 0.020 毫克。

与样品同时同样处理。

(5) 锌：

a. 原子吸收分光光度法

仪器条件：

光源：锌空心阴极灯；

波长：213.9 毫微米；

火焰：乙炔-空气。

测定方法：量取 0.8 毫升(1 克)样品，稀释至 100 毫升。取 10 毫升，共四份。按 HG 3—1013—76 第二章第 2 条第(2)款之规定制定。

b. 化学分析法

量取 0.4 毫升(0.5 克)样品，注入 250 毫升容量瓶中，稀释至刻度。取 5 毫升，稀释至 20 毫升，加 5 毫升乙酸-乙酸钠缓冲溶液($pH4\sim 5$)，1 毫升 25%硫代硫酸钠溶液，摇匀，用 5 毫升 0.001%二苯基硫脲四氯化碳溶液萃取，有机层所呈紫红色不得深于标准。

标准是取下列数量的 Zn ：

分析纯 0.002 毫克；

化学纯 0.005 毫克。

稀释至 5 毫升,与同体积样品溶液同时同样处理。

(6) 重金属:量取 0.8 毫升(1 克)样品,加 1 毫升 1N 乙酸,稀释至 30 毫升,加 10 毫升 95%乙酸及 10 毫升新制备的饱和硫化氢水,摇匀,放置 10 分钟。所呈暗色不得深于标准。

标准是取 30 毫升不含重金属的硝酸锰溶液及下列数量的 Pb:

分析纯 0.01 毫克;

化学纯 0.02 毫克。

与同体积样品溶液同时同样处理。

注:不含重金属的硝酸锰溶液的制备——量取 4 毫升(5 克)样品,稀释至 100 毫升,加热至 80℃,加 5 毫升 1N 乙酸及 20 毫升新制备的饱和硫化氢水,摇匀,放置 12~18 小时,过滤,煮沸,冷却,稀释至 150 毫升。

(7) 碱金属及碱土金属:量取 1.6 毫升(2 克)样品,溶于 90 毫升不含二氧化碳的水中,煮沸,加 10 毫升不含二氧化碳的氨水,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 毫升,过滤,取 50 毫升,置于恒重的蒸发皿中,加 2 毫升 4N 硫酸,在水浴上蒸发近干,加热至硫酸蒸气逸尽,于 800℃灼烧至恒重。残渣重量不得大于:

分析纯 1.0 毫克;

化学纯 2.5 毫克。

四、包装及标志

1. 包装:按 HG 3—119—64 之规定。

内包装形式:Xz—1;

外包装形式:I—1、I—2、I—3;

包装单位:第 4 类。

2. 标志:按 HG 3—119—64 之规定。