ICS 71.060.50
G 12
备案号:18161—2006

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3816—2006

工业氯化锰

Manganous chloride 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:武莉莉、彭国其、郑森。

工业氯化锰

1 范围

本标准规定了工业氯化锰的分类、要求、试验方法、检验规则、标志、标签、包装、运输和贮存。

本标准适用于工业氯化锰。该产品主要用作有机物氯化催化剂、油漆催干剂和汽油抗震剂原料、有色金属焊接原料，并用于陶瓷工业等。

分子式：$MnCl_2 \cdot 4H_2O$

相对分子质量：197.9048(根据2001年国际相对原子质量)

分子式：$MnCl_2$

相对分子质量：125.844(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 化工产品铁含量测定的通用方法 邻菲啰啉分光光度法(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)

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制剂及制品的制备

3 分类

本标准分为两类：Ⅰ类为四水氯化锰；Ⅱ类为无水氯化锰。

4 要求

4.1 外观：Ⅰ类(四水氯化锰)为玫瑰色针状结晶粉末；Ⅱ类(无水氯化锰)为玫瑰色疏松块状固体。

4.2 工业氯化锰应符合表1要求。

表1 要求

项目		Ⅰ类		Ⅱ类	
		一等品	合格品	一等品	合格品
主含量质量分数/%	≥	99.0	99.0	98.0	97.0
硫酸盐(以 SO_4^{2-} 计)质量分数/%	≤	0.01	0.02	0.01	0.02
铁(Fe)质量分数/%	≤	0.002	0.01	0.002	0.01
重金属(以Pb计)质量分数/%	≤	0.001	0.01	0.001	0.01
镍(Ni)质量分数/%	≤	0.01	0.02	0.01	0.02
水不溶物质量分数/%	≤	0.02	0.06	0.02	0.06
水分质量分数/%	≤	—	—	1.0	2.0

5 试验方法

5.1 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。

5.2 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。

5.3 氯化锰含量的测定

5.3.1 硝酸铵氧化还原法(仲裁法)

5.3.1.1 方法提要

试样在硫磷混酸条件下加入硝酸铵，以邻苯氨基苯甲酸溶液作指示液，用硫酸亚铁铵标准滴定溶液滴定，溶液由紫红色变为亮绿色，即为终点。

5.3.1.2 试剂

5.3.1.2.1 硝酸铵。

5.3.1.2.2 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。

5.3.1.2.3 邻苯氨基苯甲酸溶液：1 g/L。

5.3.1.2.4 硫酸亚铁铵标准滴定溶液：$c[Fe(NH_4)_2(SO_4)_2]\approx 0.1$ mol/L。

5.3.1.3 分析步骤

称取Ⅰ类产品[四水氯化锰($MnCl_2 \cdot 4H_2O$)]约 0.6 g 试样，Ⅱ类产品[无水氯化锰($MnCl_2$)]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 滴邻苯氨基苯甲酸溶液，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。

5.3.1.4 结果计算

主含量以四水氯化锰($MnCl_2 \cdot 4H_2O$)(Ⅰ类)或无水氯化锰($MnCl_2$)(Ⅱ类)的质量分数 w_1 计，数值以%表示，按公式(1)计算：

$$w_1 = \frac{(V/1\,000)cM}{m} \times 100 \quad \cdots\cdots (1)$$

式中：

V——滴定中消耗的乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液的体积的数值，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——试料质量的数值，单位为克(g)；

M——氯化锰的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔(g/mol)[$M(MnCl_2 \cdot 4H_2O) = 197.9$；$M(MnCl_2) = 126.9$]。

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 %。

5.3.2 络合滴定法

5.3.2.1 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。

5.3.2.2 试剂

5.3.2.2.1 盐酸羟胺溶液：100 g/L。

5.3.2.2.2 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液：c(EDTA)≈0.05 mol/L。

5.3.2.2.3 氨-氯化铵缓冲溶液甲：pH≈10。

5.3.2.2.4 铬黑 T 指示液：5 g/L 乙醇溶液。

5.3.2.3 分析步骤

称取Ⅰ类产品[四水氯化锰($MnCl_2 \cdot 4H_2O$)]约 0.3 g 试样，Ⅱ类产品[无水氯化锰($MnCl_2$)]约 0.2 g 试样，精确至 0.000 2 g，置于 250 mL 锥形瓶中，加入 100 mL 水溶解，加入 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。

5.3.2.4 结果计算

主含量以四水氯化锰($MnCl_2 \cdot 4H_2O$)(Ⅰ类)或无水氯化锰($MnCl_2$)(Ⅱ类)的质量分数 w_1 计，数值以%表示，按公式(2)计算：

$$w_1 = \frac{(V/1\,000)cM}{m} \times 100 \quad \cdots\cdots (2)$$

式中：

V——滴定中消耗的乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液的体积的数值，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——试料质量的数值，单位为克(g)；

M——氯化锰的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔(g/mol)[$M(MnCl_2 \cdot 4H_2O) = 197.9$；$M(MnCl_2) = 126.9$]。

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 %。

5.4 硫酸盐含量的测定

5.4.1 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。

5.4.2 试剂

5.4.2.1 盐酸溶液：1+3。

5.4.2.2 二水氯化钡溶液：100 g/L。

5.4.2.3 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。

5.4.3 仪器、设备

比色管：50 mL。

5.4.4 分析步骤

称取(1.00±0.01) g 试样，置于 250 mL 锥形瓶中，加 20 mL 水溶解，必要时过滤，直接移入 50 mL 比色管中，加入约 1 mL 盐酸溶液，在 30 ℃～35 ℃条件下保温 10min，加 3 mL 氯化钡溶液用水稀释至刻度，混匀。放置 30min 后与标准比浊溶液比较。所产生的白色浑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：1.00 mL；合格品：2.00 mL。

5.5 铁含量的测定

5.5.1 方法提要

同 GB/T 3049—1986 第 2 章。

5.5.2 试剂

同 GB/T 3049—1986 第 3 章。

5.5.3 仪器、设备

分光光度计：配有 1 cm 的比色皿。

5.5.4 分析步骤

5.5.4.1 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，绘制工作曲线。

5.5.4.2 测定

称取约 2 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。

5.5.5 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：

$$w_2=\frac{(m_1-m_2)\times 1\,000}{m}\times 100 \quad \cdots\cdots (3)$$

式中：

m_1——从工作曲线上查出的试验溶液中铁质量的数值，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 0.001 %。

5.6 重金属含量的测定

5.6.1 方法提要

试样在弱酸性介质中，加入饱和硫化氢水，以目视比色法与同时同样处理的铅标准比色溶液进行对比。

5.6.2 试剂

5.6.2.1 95 %乙醇。

5.6.2.2 乙酸溶液：1+24。

5.6.2.3 饱和硫化氢水：现用现配。

5.6.2.4 铅标准溶液：1 mL 溶液含铅(Pb)0.010 mg。

移取 1.00 mL 按 HG/T 3696.2 配制的铅标准溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。该溶液使用前制备。

5.6.2.5 不含重金属的氯化锰溶液。

称取 5 g 试样溶于 100 mL 水中，加热至 80 ℃，加 2.5 mL 乙酸溶液及 20 mL 饱和硫化氢水，摇匀，放置 12 h 后过滤、煮沸、冷却，稀释至 150 mL 备用。

5.6.3 仪器、设备

比色管：50 mL。

5.6.4 分析步骤

称取(1.00±0.01) g 试样，溶于水，加 0.5 mL 乙酸溶液，稀释至 30 mL，加 10 mL 95 %乙醇及 10 mL 饱和硫化氢水，摇匀，放置 10min，所呈颜色不得深于标准对比溶液。

标准比色溶液是取 30 mL 不含重金属的氯化锰溶液及下列数量的铅标准溶液，与试样同时同样处理。

一等品：1 mL；合格品：10 mL。

5.7 镍含量的测定

5.7.1 方法提要

在盐酸介质中，于波长 232.0 nm 处，使用空气-乙炔火焰，用原子吸收分光光度计进行测定。

5.7.2 试剂

5.7.2.1 盐酸溶液：1+1。

5.7.2.2 镍标准溶液：1 mL 溶液含镍(Ni)0.10 mg。

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

5.7.3 仪器、设备

5.7.3.1 原子吸收分光光度计。

5.7.3.2 镍空心阴极灯。

5.7.4 仪器工作条件

5.7.4.1 波长：232.0 nm。

5.7.4.2 火焰：空气-乙炔。

5.7.5 分析步骤

5.7.5.1 工作曲线的绘制

在 4 个 100 mL 容量瓶中，分别用移液管加入 0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL 镍标准溶液，各加入 1 mL 盐酸溶液，用水稀释至刻度，摇匀。

按 5.7.4 条规定，将仪器调至最佳工作条件，用水调零，测量其吸光度。以镍的质量为横坐标，对应的吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

5.7.5.2 测定

称取 0.5 g～1.0 g 试样，精确至 0.000 2 g，置于 200 mL 烧杯中。加入 1 mL 盐酸溶液，溶解后移入 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。同时同样处理空白试验溶液。按 5.7.4 条规定，将仪器调至最佳工作条件，用水调零。测定吸光度，从工作曲线上查出对应的镍的质量。

5.7.6 结果计算

镍含量以镍(Ni)的质量分数 w_3 计，数值以%表示，按公式(4)计算：

$$w_3=\frac{m_1-m_0}{m\times 1\,000}\times 100=\frac{0.1(m_1-m_0)}{m} \quad \cdots\cdots (4)$$

式中：

m_1——从工作曲线上查出的试验溶液中镍的质量的数值，单位为毫克(mg)；

m_0——从工作曲线上查出的空白试验溶液中镍的质量的数值，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 %。

5.8 水不溶物含量的测定

5.8.1 方法提要

将试样用沸水溶解后，抽滤、洗涤、干燥、称量。

5.8.2 仪器、设备

5.8.2.1 电热恒温干燥箱：温度能控制在 105 ℃～110 ℃。

5.8.2.2 玻璃砂坩埚：孔径 5 μm～15 μm。

5.8.3 分析步骤

称取约 20 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，加热至沸，在沸水浴上保温 1 h。用预先在 105 ℃～110 ℃下烘至恒重的玻璃砂坩埚过滤，用热水洗涤至滤板无色，将玻璃砂坩埚连同水不溶物于 105 ℃～110 ℃烘至恒重。

水不溶物含量以质量分数 w_4 计，数值以%表示，按公式(5)计算：

$$w_4=\frac{m_1-m_2}{m}\times 100 \quad \cdots\cdots (5)$$

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 0.005 %。

5.9 水分的测定

5.9.1 方法提要

试样在 105 ℃～110 ℃的电热恒温干燥箱中干燥至恒重。

5.9.2 仪器

5.9.2.1 电热恒温干燥箱：温度能控制在 105 ℃～110 ℃。

5.9.2.2 称量瓶：ϕ50 mm×30 mm。

5.9.3 分析步骤

称取Ⅱ类产品[无水氯化锰($MnCl_2$)]约 2 g 试样，精确至 0.000 2 g，置于预先于 105 ℃～110 ℃恒重的称量瓶中，然后再置于电热恒温干燥箱中，在 105 ℃～110 ℃下干燥至恒重。

5.9.4 结果计算

水分以质量分数 w_5 计，数值以%表示，按公式(6)计算：

$$w_5=\frac{m_1-m_0}{m}\times 100 \quad \cdots\cdots (6)$$

式中：

m_1——干燥前试料和称量瓶的质量的数值，单位为克(g)；

m_0——干燥后试料和称量瓶的质量的数值，单位为克(g)；

m——试料的质量的数值，单位为(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 0.03 %。

6 检验规则

6.1 本标准七项指标均为出厂检验项目，应逐批检验。

6.2 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氯化锰为一批。每批产品不超过 5 t。

6.3 按 GB/T 6678 的规定确定采样单元数。采样时，将采样器自包装袋的上方斜插至料层深度的 3/4 处采样。将采得的样品混匀后，按四分法缩分至不少于 500 g，分装于两个清洁干燥的具塞广口瓶或塑料袋中，密封。瓶上或塑料袋上粘贴标签，注明：生产厂名、产品名称、类别、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。

6.4 工业氯化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。

6.5 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。

6.6 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。

7 标志、标签

7.1 工业氯化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、类别、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。

7.2 每批出厂的工业氯化锰都应附有质量证明书。内容包括：生产厂名、厂址、产品名称、类别、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。

8 包装、运输、贮存

8.1 工业氯化锰采用内衬聚乙烯塑料薄膜的塑料编织袋包装，其中无水氯化锰内衬中增衬两层塑料薄膜。外袋用维尼龙线或其他质量相当的线缝口，缝线整齐，针距均匀，无漏缝和跳线现象。每袋净含量为 25 kg 或 40 kg。

8.2 工业氯化锰在运输过程中应有遮盖物，避免阳光直晒。

8.3 工业氯化锰应贮存在阴凉干燥处，防止雨淋、受潮。

中华人民共和国
化工行业标准
工业氯化锰
HG/T 3816—2006
出版发行：化学工业出版社
（北京市东城区青年湖南街13号　邮政编码100011）
北京云浩印刷有限责任公司印装
880mm×1230mm　1/16　印张¾　字数16千字
2007年2月北京第1版第1次印刷
书号：155025·0374

购书咨询：010-64518888
售后服务：010-64518899
网址：http://www.cip.com.cn
凡购买本书，如有缺损质量问题，本社销售中心负责调换。

定价：9.00元

版权所有　违者必究