

ГОСТ 3765-78

Группа Л51

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР
РЕАКТИВЫ
АММОНИЙ МОЛИБДЕНОВОКИСЛЫЙ
ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ
REAGENTS. AMMONIUM MOLYBDATE. SPECIFICATIONS

ОКП 26 2116 0410 07

Дата введения 1979-01-01

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности

РАЗРАБОТЧИКИ

Т.Г.Манова, Т.М.Сас, О.С.Рыженкова, Т.Н.Малахова

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 22.03.78 N 754

3. Периодичность проверки - 5 лет

4. ВЗАМЕН ГОСТ 3765-72

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 12.1.005-88	6.1
ГОСТ 61-75	3.2.1
ГОСТ 1770-74	3.2.1; 3.3.1; 3.4.1; 3.7.1; 3.11.1
ГОСТ 2053-77	3.11.1
ГОСТ 3117-78	3.2.1
ГОСТ 3760-79	3.11.1
ГОСТ 3885-73	2.1; 3.1; 4.1
ГОСТ 4204-77	3.4.1; 3.7.1

ГОСТ 4208-72	3.4.1
ГОСТ 4212-76	3.4.1; 3.7.1; 3.11.1
ГОСТ 4328-77	3.2.1; 3.11.1
ГОСТ 4461-77	3.6
ГОСТ 4919.1-77	3.2.1
ГОСТ 5830-79	3.7.1
ГОСТ 6259-75	3.2.1
ГОСТ 6709-72	3.2.1; 3.3.1; 3.4.1; 3.7.1; 3.11.1
ГОСТ 9147-80	3.6
ГОСТ 9336-75	3.2.1
ГОСТ 10398-76	3.2.1
ГОСТ 10555-75	3.9
ГОСТ 10652-73	3.2.1
ГОСТ 10671.2-74	3.5
ГОСТ 10671.5-74	3.6
ГОСТ 10671.7-74	3.8
ГОСТ 14192-96	4.1
ГОСТ 18300-87	3.2.1
ГОСТ 19433-88	4.1
ГОСТ 24104-88	3.1a
ГОСТ 25336-82	3.2.1; 3.3.1; 3.4.1; 3.7.1; 3.11.1
ГОСТ 25794.2-83	3.2.1
ГОСТ 27025-86	3.1a
ОСТ 16.0.801.397-87*	3.3.1

* Документ в информационных продуктах не содержится. За информацией о документе Вы можете обратиться в Службу поддержки пользователей. - Примечание изготовителя базы данных.

6. Ограничение срока действия снято по протоколу N 3-93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 5-6-93)

7. ПЕРЕИЗДАНИЕ (июнь 1998 г.) с Изменением N 1, утвержденным в марте 1988 г. (ИУС 5-88)

Настоящий стандарт распространяется на молибденовокислый аммоний, который представляет собой бесцветное или слегка окрашенные в зеленоватый или желтоватый цвет кристаллы, растворимые в воде. На воздухе кристаллы выветриваются, теряя часть аммиака.

Формула: $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}$

Молекулярная масса (по международным атомным массам 1971г.) - 1235,85

(Измененная редакция, Изм. N 1).

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Молибденовокислый аммоний должен быть изготовлен в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

1.2. По химическим показателям молибденовокислый аммоний должен соответствовать нормам, указанным в таблице.

Таблица 1

Наименование показателя	Норма		
	Химически чистый (х.ч.) ОКП 26 2116 0413 04	Чистый для анализа (ч.д.а.) ОКП 26 2116 0412 05	Чистый (ч.) ОКП 26 2116 0411 06
1. Массовая доля молибденово-кислого аммония $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}$, %	99-101	99-101	98-102
2. Массовая доля нерастворимых в воде веществ, %, не более	0,005	0,005	0,030
3. Массовая доля кремнекислоты (SiO_2) , %, не более	0,0005	0,0005	Не нормируется
4. Массовая доля нитратов (NO_3) , %, не более	0,002	0,003	Не нормируется
5. Массовая доля сульфатов (SO_4) , %, не более	0,005	0,020	0,020
6. Массовая доля фосфатов (PO_4) , %, не более	0,0002	0,0005	0,0010
7. Массовая доля хлоридов (Cl) , %, не более	0,0005	0,0010	0,0020
8. Массовая доля железа (Fe) , %, не более	0,001	0,002	Не нормируется
9. Массовая доля тяжелых металлов (Pb) , %, не более	0,001	0,001	0,005

(Измененная редакция, Изм. N 1).

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Правила приемки - по ГОСТ 3885.

2.2. Массовую долю нерастворимых в воде веществ, кремнекислоты, нитратов и фосфатов изготовитель определяет периодически в каждой 20-й партии.

(Измененная редакция, Изм. N 1).

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

3.1а. Общие указания по проведению анализа - по ГОСТ 27025.

При взвешивании используют лабораторные весы по ГОСТ 24104 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г, 3-го класса точности с наибольшими пределами взвешивания 500 г и 1 кг и 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Допускается применение импортной аппаратуры и лабораторной посуды по классу точности и реактивов по качеству не ниже отечественных.

(Введен дополнительно, Изм. N 1).

3.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885. Масса средней пробы должна быть не менее 250 г.

3.2. Определение массовой доли молибденовокислого аммония

3.2.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Бюретка вместимостью 50 см³ с ценой деления 0,1 см³.

Капельница по ГОСТ 25336.

Колба Кн-2-250-34 по ГОСТ 25336.

Пипетка вместимостью 1 (2), 50 см³.

Стаканчик для взвешивания по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1 (3)-50 по ГОСТ 1770.

Аммоний ванадиевокислый мета по ГОСТ 9336, раствор концентрации $c(\text{NH}_4\text{VO}_3)=0,05$ моль/дм³ (0,05 н.); готовят по ГОСТ 25794.2.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Глицерин по ГОСТ 6259.

Дифенилкарбазон, спиртовой раствор с массовой долей 0,2%.

Кислота уксусная по ГОСТ 61.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор с массовой долей 20%.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300, высшего сорта.

Соль динатриевая этилендиамин -N, N, N, N -тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, раствор концентрации $c(\text{ди-Na-ЭДТА})=0,05$ моль/дм³; готовят по ГОСТ 10398.

Фенолфталеин (индикатор), спиртовой раствор с массовой долей 1%; готовят по ГОСТ 4919.1.

Метиленовый голубой (индикатор), раствор с массовой долей 0,01%.

Буферный раствор pH 5,2-5,6; готовят следующим образом: 500 г уксуснокислого аммония растворяют в 700 см³ воды, прибавляют 35 см³ уксусной кислоты и 80 см³ глицерина, доводят объем раствора водой до 1500 см³ и перемешивают.

Комплексонат ванадия, раствор концентрации 0,025 моль/дм³ (0,025 М); готовят следующим образом: 50 см³ раствора мета-ванадиевокислого аммония концентрации 0,05 моль/дм³ смешивают с 50 см³ раствора ди-Na-ЭДТА концентрации 0,05 моль/дм³; объемы растворов (с учетом коэффициентов поправок концентрации) измеряют бюреткой

или пипеткой.

3.2.2. Проведение анализа.

Около 0,4000 г препарата помещают в коническую колбу, прибавляют 50 см³ воды, 2-3 капли раствора фенолфталеина и при перемешивании раствор гидроокиси натрия до слабощелочной реакции. Раствор перемешивают до полного растворения препарата. Реакция раствора должна сохраниться слабощелочной. В противном случае прибавляют еще 1-2 капли раствора гидроокиси натрия.

К полученному раствору прибавляют при перемешивании 50 см³ спирта, 10 см³ буферного раствора, 1 см³ раствора метиленового голубого, 1 см³ раствора дифенилкарбазона. Раствор титруют из бюретки раствором трилона

Б до исчезновения фиолетовой окраски, затем прибавляют 1 см³ раствора комплексоната ванадия (раствор вновь окрашивается в фиолетовый цвет) и продолжают титровать раствором трилона Б до полного перехода фиолетовой окраски в голубую.

3.2.3. Обработка результатов

Массовую долю молибденовокислого аммония (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot K \cdot 0,01765 \cdot 100}{m},$$

где V - объем раствора ди-Na-ЭДТА концентрации 0,05 моль/дм³, израсходованный на титрование, см³;

0,01765 - масса молибденовокислого аммония, соответствующая 1 см³ раствора ди-Na-ЭДТА концентрации 0,05 моль/дм³, г;

m - масса навески препарата, г;

K - коэффициент поправки раствора ди-Na-ЭДТА концентрации 0,05 моль/дм³.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,3%, при доверительной вероятности $P=0,9$

5.

3.2.1-3.2.3. (Измененная редакция, Изм. N 1).

3.3. Определение массовой доли нерастворимых в воде веществ

3.3.1. Аппаратура и реактивы

Шкаф сушильный по ОСТ 16.0.801.397*.

Стакан В-2-600 ТХС по ГОСТ 25336.

Тигель фильтрующий ТФ ПОР10 или ТФ ПОР16 по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1 (2,3,4)-250 или 1 (2)-500 по ГОСТ 1770.

Чашка ЧВК-1 (2)-250 по ГОСТ 25336.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

3.3.2. Проведение анализа

25,00 г препарата помещают в стакан и растворяют при нагревании в 250 см³ воды, перемешивая стеклянной палочкой. Стакан накрывают чашкой, выдерживают на водяной бане в течение 1 ч и фильтруют через фильтрующий тигель, предварительно высушенный до постоянной массы и взвешенный (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака).

Остаток на фильтре промывают 100 см³ воды температурой 80-100°C и сушат в сушильном шкафу при 105-110°C до постоянной массы.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса сухого остатка после высушивания не будет превышать:

для препарата химически чистый - 1,25 мг,

для препарата чистый для анализа - 1,25 мг,

для препарата чистый - 7,50 мг.

3.3.1, 3.3.2. (Измененная редакция, Изм. N 1).

3.4. Определение массовой доли кремнекислоты

3.4.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Колба Кн-2-50-18 ТХС по ГОСТ 25336.

Пипетка вместимостью 1 (2) и 10 см³.

Пробирка П1-21-200 ХС по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1 (3)-25 (50) по ГОСТ 1770.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Соль закиси железа и аммония двойная сернокислая (соль Мора) по ГОСТ 4208, раствор с массовой долей 10% в растворе серной кислоты с массовой долей 20%, хранят в герметически закрытой бутылке из темного стекла не более 2 сут.

Кислота серная по ГОСТ 4204, раствор с массовой долей 20%.

Раствор, содержащий SiO²; готовят по ГОСТ 4212.

3.4.2. Проведение анализа

1,00 г препарата помещают в коническую колбу, прибавляют 20 см³ воды и перемешивают, нагревая до полного растворения препарата - раствор А.

10 см³ раствора А (соответствуют 0,5 г препарата) помещают в пробирку, прибавляют 12 см³ воды, 0,5 см³ раствора серной кислоты и оставляют в покое на 10 мин. Затем прибавляют 10 см³ раствора серной кислоты, перемешивают в течение 1 мин, прибавляют 1 см³ раствора соли Мора и снова перемешивают.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если окраска анализируемого раствора, наблюдаемая на фоне молочного стекла по оси пробирки, не будет интенсивнее окраски раствора, приготовленного одновременно с анализируемым в тех же условиях и содержащего:

для препарата химически чистый - 0,002 мг SiO₂,

для препарата чистый для анализа - 0,002 мг SiO₂,

2 см³ раствора А (соответствуют 0,1 г препарата), 20 см³ воды, 0,5 см³ раствора серной кислоты, 10 см³ раствора серной кислоты, 1 см³ раствора сол

и Мора.

3.5. Определение массовой доли нитратов

Определение проводят по ГОСТ 10671.2. При этом 1,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 50 см³ (с меткой на 10 см³), прибавляют 10 см³ воды и нагревают на водяной бане до полного растворения препарата. Раствор охлаждают, доводят объем раствора водой до метки и далее определение проводят с применением индигокармина.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая окраска анализируемого раствора не будет слабее окраски раствора, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме:

для препарата химически чистый - 0,010 мг NO₃,

для препарата чистый для анализа - 0,015 мг NO₃,

0,5 г анализируемого препарата, 1 см³ раствора хлористого натрия, 1 см³ раствора индигокармина и 12 см³ концентрированной серной кислот

ы.

3.6. Определение массовой доли сульфатов

Определение проводят по ГОСТ 10671.5. При этом 1,00 г препарата помещают в выпарительную чашку 3 (ГОСТ 9147), прибавляют 5 см³ горячей воды, 5 см³ азотной кислоты (ГОСТ 4461) и перемешивают. Содержимое чашки выпаривают досуха на водяной бане и выдерживают до прекращения выделения белых паров.

К сухому остатку прибавляют 4 см³ раствора соляной кислоты, тщательно перемешивают смесь, прибавляют 36 см³ воды и снова перемешивают. Осадку дают отстояться и фильтруют, не взмучивая осадок, в колбу вместимостью

100 см³ через обеззоленный фильтр "синяя лента", промытый горячей водой (если раствор мутный, его фильтруют повторно).

20 см³ фильтрата (соответствуют 0,5 г препарата) помещают в коническую колбу вместимостью 50-100 см³, прибавляют 6 см³ воды и далее определение проводят фототурбидиметрическим методом без прибавления раствора соляной кислоты.

Одновременно в тех же условиях и с теми же реактивами проводят контрольный опыт определения массовой доли сульфатов в применяемых реактивах и при необходимости в результате анализа вводят поправку.

Допускается проводить определение визуально-нефелометрическим методом (способ 1).

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса сульфатов не будет превышать:

для препарата химически чистый - 0,025 мг,

для препарата чистый для анализа - 0,100 мг,

для препарата чистый - 0,100 мг.

При разногласиях в оценке массовой доли сульфатов определение проводят фототурбидиметрическим методом.

3.4.1-3.6. (Измененная редакция, Изм. N 1).

3.7. Определение массовой доли фосфатов

3.7.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Пипетка вместимостью 5 (10) см³.

Стакан В (Н)-1 (2)-100 ТС по ГОСТ 25336.

Цилиндр 2 (4)-100 (25) и 1 (3)-25 (50) по ГОСТ 1770.

Аммоний молибденовокислый, раствор с массовой долей 10%, приготовленный из анализируемого препарата.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота серная по ГОСТ 4204, х.ч., раствор с массовой долей 25%.

Раствор, содержащий PO⁴; готовят по ГОСТ 4212.

Спирт изоамиловый по ГОСТ 5830.

3.7.2. Проведение анализа

5,20 г препарата помещают в стакан и растворяют, нагревая на водяной бане, в 50 см³ воды. Раствор охлаждают, переносят в цилиндр с притертой пробкой вместимостью 100 см³ и прибавляют смесь, состоящую из 8 см³ раствора серной кислоты и 10 см³ изоамилового спирта, предварительно смешав ее в цилиндре. Содержимое цилиндра сильно встряхивают, сразу же доводят объем раствора водой до 100 см³ и перемешивают.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая окраска спиртового слоя анализируемого раствора не будет интенсивнее окраски спиртового слоя раствора, приготовленного одновременно с анализируемым таким же образом и содержащего в таком же объеме:

для препарата химически чистый - 0,010 мг PO⁴,

для препарата чистый для анализа - 0,025 мг PO⁴,

для препарата чистый - 0,050 мг PO⁴,

2 см³ раствора аммония молибденовокислого, 8 см³ раствора серной кислоты и 10 см³ изоамилового спирта.

Определение проводят одновременно не более чем в четырех цилин

драх.

3.8. Определение массовой доли хлоридов

Определение проводят по ГОСТ 10671.7. При этом 1,50 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³ (с меткой на 40 см³), прибавляют 37 см³ воды и нагревают на водяной бане до полного растворения препарата. Раствор охлаждают, доводят его объем водой до метки (при необходимости раствор фильтруют через промытый раствором азотной кислоты с массовой долей 1% обеззоленный фильтр "синяя лента") и далее определение проводят визуально-нефелометрическим методом (в объеме 40 см³).

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса хлоридов не будет превышать:

для препарата химически чистый - 0,005 мг,

для препарата чистый для анализа - 0,010 мг,

для препарата чистый - 0,020 мг.

В раствор сравнения прибавляют 0,5 г препарата.

3.9. Определение массовой доли железа

Определение проводят по ГОСТ 10555. При этом 1,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³ (с меткой на 50 см³), прибавляют 20 см³ воды и нагревают на водяной бане до полного растворения препарата. Раствор охлаждают и далее определение проводят сульфосалициловым методом.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса железа не будет превышать:

для препарата химически чистый - 0,01 мг,

для препарата чистый для анализа - 0,02 мг.

Допускается заканчивать определение визуально.

При разногласиях в оценке массовой доли железа определение заканчивают фотометрически.

3.7.1-3.9. (Измененная редакция, Изм. N 1).

3.10-3.10.2. (Исключены, Изм. N 1).

3.11. Определение массовой доли тяжелых металлов

3.11.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Капельница по ГОСТ 25336.

Колба Кн-2-100-22 ХС по ГОСТ 25336.

Пипетка вместимостью 1 и 5 (10) см³.

Цилиндр 1 (3)-50 (100) по ГОСТ 1770.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, раствор с массовой долей 10%.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор с массовой долей 20%.

Натрий сернистый 9-водный по ГОСТ 2053, раствор с массовой долей 12%.

Раствор, содержащий Рb, готовят по ГОСТ 4212.

3.11.2. Проведение анализа

1,00 г препарата помещают в коническую колбу, прибавляют 45 см³ воды, 5 см³ раствора гидроокиси натрия, 2 см³ раствора аммиака, перемешивают до растворения, прибавляют 2 капли раствора 9-водного сернистого натрия и снова перемешивают.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая на фоне молочного стекла в проходящем свете окраска анализируемого раствора не будет интенсивнее окраски раствора, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме:

для препарата химически чистый - 6,01 мг Рb,

для препарата чистый для анализа - 0,01 мг Рb,

для препарата чистый - 0,05 мг Рb,

5 см³ раствора гидроокиси натрия, 2 см³ раствора аммиака и 2 капли раствора 9-водного сернистого натрия.

Сравнение окрасок производят сразу после прибавления 9-водного сернистого натрия.

3.11.1-3.11.2. (Измененная редакция, Изм. N 1).

3.12-3.13.3. (Исключены, Изм. N 1).

4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

4.1. Препарат упаковывают и маркируют в соответствии с ГОСТ 3885.

Вид и тип тары: 2-1, 2-4, 2-9, 6-1, 11-1.

Группа фасовки: III, IV, V, VI, VII.

Транспортная маркировка - по ГОСТ 14192 с нанесением манипуляционных знаков "Беречь от влаги" дополнительно (для стеклянной потребительской тары): "Хрупкое. Осторожно", "Верх" и знака опасности по ГОСТ 19433 (класс 9, подкласс 9.2, классификационный шифр 9233).

(Измененная редакция, Изм. N 1).

4.2. Препарат транспортируют всеми видами транспорта в соответствии с правилами перевозок, действующими на данном виде транспорта.

4.3. Препарат хранят в упаковке изготовителя в крытых вентилируемых складских помещениях.

5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

5.1. Изготовитель гарантирует соответствие молибденовокислого аммония требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

5.2. Гарантийный срок хранения препарата - 3 года со дня изготовления.

5.1, 5.2. (Измененная редакция, Изм. N 1).

6. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

6.1. Молибденовокислый аммоний по степени воздействия на организм человека относится к веществам 3-го класса опасности (ГОСТ 12.1.005).

Предельно допустимая концентрация в виде аэрозоля - 2 мг/м^3 , в виде пыли - 4 мг/м^3 (ГОСТ 12.1.005).

6.2. Молибденовокислый аммоний пожаровзрывобезопасен.

6.3. Помещения, в которых проводятся работы с препаратом, должны быть оборудованы общей приточно-вытяжной вентиляцией.

Анализ препарата следует проводить в вытяжном шкафу лаборатории.

Разд.6. (Измененная редакция, Изм. N 1).

Электронный текст документа
подготовлен АО "Кодекс" и сверен по:
официальное издание
М.: ИПК Издательство стандартов, 1998