



中华人民共和国国家标准

GB/T 657—2011
代替 GB/T 657—1993

化学试剂 四水合钼酸铵(钼酸铵)

Chemical reagent—
Hexaammonium heptamolybdate tetrahydrate

(ISO 6353-3:1987, Reagents for chemical analysis—
Part 3: Specifications—Second series, NEQ)

2011-05-12 发布

2011-12-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准与 ISO 6353-3:1987《化学分析试剂 第三部分:规格 第2系列》中 R65“四水合钼酸铵”的一致性程度为非等效。

本标准代替 GB/T 657—1993《化学试剂 四水合钼酸铵(钼酸铵)》,与 GB/T 657—1993 相比主要变化如下:

- 澄清度试验的规格由“合格”调整为“4号”、“6号”(1993年版的3.3,本版的第4章);
- 水不溶物改用化学试剂通用方法测定(1993年版的4.3.2,本版的5.6);
- 重金属的测定增加了硫化钠-丙三醇比色法(1993年版的4.3.6;本版的5.10);
- 修改了包装及标志(1993年版的第6章,本版的第7章)。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会化学试剂分会(SAC/TC 63/SC 3)归口。

本标准起草单位:国药集团化学试剂有限公司。

本标准主要起草人:陈浩云。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 657—1965、GB/T 657—1979、GB/T 657—1993。

化 学 试 剂

四水合钼酸铵(钼酸铵)

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

相对分子质量: 1 235. 87(根据 2007 年国际相对原子质量)

1 范围

本标准规定了化学试剂中四水合钼酸铵的性状、规格、试验、检验规则和包装及标志。

本标准适用于化学试剂中四水合钼酸铵的检验。

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 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 602—2002,ISO 6353-1:1982,NEQ)

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备(GB/T 603—2002,ISO 6353-1:1982,NEQ)

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—2008,ISO 3696:1987,MOD)

GB/T 9728 化学试剂 硫酸盐测定通用方法(GB/T 9728—2007,ISO 6353-1:1982,NEQ)

GB/T 9738 化学试剂 水不溶物测定通用方法(GB/T 9738—2008,ISO 6353-1:1982,NEQ)

GB 15346 化学试剂 包装及标志

HG/T 3484 化学试剂 标准玻璃乳浊液和澄清度标准

HG/T 3921 化学试剂 采样及验收规则

3 性状

本试剂为无色或微带蓝绿色结晶,溶于水,不溶于乙醇。

4 规格

四水合钼酸铵的规格见表 1。

表 1

名 称	分析纯	化学纯
含量 $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$, w/%	≥ 99.0	≥ 99.0
配制溶液试验	合格	合格
澄清度试验/号	≤ 4	≤ 6
水不溶物, w/%	≤ 0.01	≤ 0.03
氯化物(Cl), w/%	≤ 0.001	≤ 0.003
硫酸盐(SO_4), w/%	≤ 0.02	≤ 0.05
磷酸盐、砷酸盐、硅酸盐(以 SiO_3 计), w/%	≤ 0.001	≤ 0.003
重金属(以 Pb 计), w/%	≤ 0.001	≤ 0.003

5 试验

5.1 警告

本试验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性,一些试验过程可能导致危险情况,操作者应采取适当的安全和健康措施。

5.2 一般规定

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,样品均按精确至 0.01 g 称量,所用溶液以“%”表示的均为质量分数。

5.3 含量

称取 0.3 g 样品,精确至 0.000 1 g,溶于 50 mL 水中,加 4 g 六次甲基四胺,加热至 60 ℃,加 2 滴 4-(2-吡啶偶氮)-间苯二酚-钠盐指示液(1 g/L),用硝酸铅标准滴定溶液{ $c[\text{Pb}(\text{NO}_3)_2]=0.05 \text{ mol/L}$ }滴定至溶液由橙色明显变为粉红色。

四水合钼酸铵的质量分数 w ,数值以“%”表示,按式(1)计算:

$$w = \frac{V \times c \times M}{m \times 1\,000} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

V ——硝酸铅标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——硝酸铅标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

M ——四水合钼酸铵摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)【 $M\{\frac{1}{7}[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]\}$ = 176.6】;

m ——样品质量的数值,单位为克(g)。

5.4 配制溶液试验

5.4.1 硫酸铵硝酸溶液的制备

称取 1 g 硫酸铵,溶于 9 mL 硝酸中。

5.4.2 测定方法

称取 3 g 样品,溶于 8 mL 水中,在搅拌下将溶液滴加到硫酸铵硝酸溶液中,冷却,稀释至 20 mL,摇匀,放置 48 h,不得有钼酸析出(允许有少量的黄色磷钼酸铵沉淀)。

5.5 澄清度试验

称取 10 g 样品,溶于 100 mL 水中,其浊度不得大于 HG/T 3484 规定的下列澄清度标准:

分析纯.....4 号;

化学纯.....6 号。

5.6 水不溶物

称取 10 g 样品,溶于 100 mL 沸水中,冷却至室温后,按 GB/T 9738 的规定测定。

5.7 氯化物

称取 1 g 样品,溶于 25 mL 水中,加 5 mL 硝酸及 1 mL 硝酸银溶液(17 g/L),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 Cl;

化学纯.....0.03 mg Cl。

与样品同时同样处理。

5.8 硫酸盐

称取 1 g 样品,溶于 5 mL 热水中,加 5 mL 硝酸,在水浴上蒸发至干。残渣用 1 mL 盐酸溶液

(10%)及10 mL水浸取,稀释至40 mL,过滤。取4 mL,稀释至20 mL,加0.5 mL盐酸溶液(20%)酸化后,按GB/T 9728的规定测定。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·····	0.02 mg SO ₄ ;
化学纯·····	0.05 mg SO ₄ 。

稀释至20 mL,与同体积试液同时同样处理。

5.9 磷酸盐、砷酸盐、硅酸盐

5.9.1 还原溶液的制备

称取45 g偏重亚硫酸钠及0.3 g对甲氨基酚硫酸盐,溶于水,稀释至1 000 mL。

5.9.2 测定方法

称取2.5 g样品,溶于水,稀释至25 mL。取11 mL,稀释至70 mL,加0.5 mL溴水,用盐酸溶液[$c(\text{HCl})=1 \text{ mol/L}$]调节溶液的pH值至1.8(用酸度计测定),放置20 min。加7.5 mL盐酸溶液(20%),移入分液漏斗中,立即用40 mL异丁醇-乙醚(1+1)萃取,有机相用30 mL盐酸溶液[$c(\text{HCl})=0.1 \text{ mol/L}$]洗涤,再重复洗1次,弃去水相,加20 mL新制备的还原溶液,立即振摇。水相所呈蓝色不得深于标准比色溶液。

标准比色溶液的制备是取1 mL样品溶液及含下列数量的硅酸盐标准溶液:

分析纯·····	0.01 mg SiO ₃ ;
化学纯·····	0.03 mg SiO ₃ 。

加10 mL水,与同体积样品溶液同时同样处理。

5.10 重金属

5.10.1 饱和硫化氢水溶液比色法

称取2 g样品,溶于20 mL水中,加20 mL氢氧化钠溶液(100 g/L),取30 mL,加10 mL酒石酸钾钠溶液(200 g/L)及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剩余的10 mL样品溶液,加10 mL氢氧化钠溶液(100 g/L)及含下列数量的铅标准溶液:

分析纯·····	0.01 mg Pb;
化学纯·····	0.03 mg Pb。

稀释至30 mL,与同体积样品溶液同时同样处理。

5.10.2 硫化钠-丙三醇比色法

5.10.2.1 硫化钠-丙三醇溶液的配制

称取5 g硫化钠,溶于10 mL水和30 mL丙三醇的混合液中,避光密封保存,有效期1个月。

5.10.2.2 测定方法

称取2 g样品,溶于20 mL水中,加20 mL氢氧化钠溶液(100 g/L),取30 mL,加10 mL酒石酸钾钠溶液(200 g/L)及0.1 mL硫化钠-丙三醇溶液,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剩余的10 mL样品溶液,加10 mL氢氧化钠溶液(100 g/L)及含下列数量的铅标准溶液:

分析纯·····	0.01 mg Pb;
化学纯·····	0.03 mg Pb。

稀释至30 mL,与同体积样品溶液同时同样处理。

6 检验规则

按HG/T 3921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,其中:

包装单位:第 4 类;

内包装形式:NB-4、NB-5、NB-7、NB-8、NB-10、NB-11、NB-13、NB-15;

隔离材料:GC-2、GC-3;

外包装形式:WB-1、WB-2、WB-3。



GB/T 657-2011

版权专有 侵权必究

*

书号:155066 • 1-43299

定价: 14.00 元