

中华人民共和国国家标准

化学试剂
四水合钼酸铵(钼酸铵)

GB 657—93

代替 GB 657—79

Chemical reagent

—Hexaammonium heptamolybdate tetrahydrate

本标准参照采用国际标准 ISO 6353-3—1987《化学分析试剂——第3部分：规格——第二批》中 R65“四水合钼酸铵”。

本试剂为无色或微带蓝绿色结晶，溶于水，不溶于乙醇。

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：1235.86(按1989年国际相对原子质量)

1 主题内容与适用范围

本标准规定了化学试剂四水合钼酸铵的技术要求、试验方法、检验规则和包装及标志。

本标准适用于化学试剂四水合钼酸铵的检验。

2 引用标准

GB 601 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

GB 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB 603 化学试剂 试验方法中所用试剂及制品的制备

GB 619 化学试剂 采样及验收规则

GB 6682 实验室用水规格

GB 9728 化学试剂 硫酸盐测定通用方法

GB 9738 化学试剂 水不溶物测定通用方法

HG 3-119 化学试剂 包装及标志

HG 3-1168 化学试剂 澄清度标准的制备及测定方法

3 技术要求

3.1 四水合钼酸铵 $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ 含量不少于99.0%

3.2 配制溶液试验：合格。

3.3 杂质最高含量：

%		
名 称	分析纯	化学纯
澄清度试验	合格	合格
水不溶物	0.01	0.03
氯化物(Cl)	0.001	0.003
硫酸盐(SO ₄)	0.02	0.05
磷酸盐、砷酸盐、硅酸盐(以 SiO ₃ 计)	0.001	0.003
重金属(以 Pb 计)	0.001	0.003

4 试验方法

本试验方法中标准滴定溶液、杂质标准溶液、制剂及制品,除另有规定外,均按 GB 601、GB 602、GB 603 之规定制备,实验用水应符合 GB 6682 中三级水规格。

4.1 四水合钼酸铵[(NH₄)₆Mo₇O₂₄·4H₂O]含量测定

称取 0.3 g 试样,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[Pb(NO₃)₂]=0.05 mol/L}滴定至溶液由橙色明显变为粉红色。

四水合钼酸铵含量按下式计算:

$$X = \frac{V \cdot c \times 0.1766}{m} \times 100$$

式中: X——四水合钼酸铵的质量百分含量, %;

V——试样消耗硝酸铅标准滴定溶液的体积, mL;

c——硝酸铅标准滴定溶液的浓度, mol/L;

0.1766——与 1.00 mL 硝酸铅标准滴定溶液{c[Pb(NO₃)₂]=1.000 mol/L}相当的,以克表示的四水合钼酸铵的质量;

m——试样的质量, g。

4.2 配制溶液试验

4.2.1 硫酸铵硝酸溶液的制备

称取 1 g 硫酸铵,溶于 9 mL 硝酸中。

4.2.2 测定方法

称取 3 g 试样,精确至 0.01 g,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)。

4.3 杂质测定

试样称量须精确至 0.01 g。

4.3.1 澄清度试验

称取 10 g 试样,溶于 100 mL 水中,其浊度不得大于 HG 3-1168 中规定的澄清度标准:

分析纯……………4号;

化学纯……………6号。

4.3.2 水不溶物

称取 10 g 试样,溶于 100 mL 沸水中,冷却至室温,用已在 105±2℃ 恒重的 4 号玻璃滤坩过滤,用热水洗涤滤渣至洗液无铵离子反应,于 105±2℃ 的电烘箱中干燥至恒重。结果按 GB 9738 中第 7 章之规定计算。