



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ  
СОЮЗА ССР

---

РЕАКТИВЫ

**АММОНИЙ МОЛИБДЕНОВОКИСЛЫЙ**  
**ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ**

ГОСТ 3765—78



Издание официальное

БЗ 12—97

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ  
Москва

## Реактивы

## АММОНИЙ МОЛИБДЕНОВОКИСЛЫЙ

## Технические условия

ГОСТ  
3765—78

Reagents. Ammonium molybdate. Specifications

ОКП 26 2116 0410 07

Дата введения 01.01.79

Настоящий стандарт распространяется на молибденовокислый аммоний, который представляет собой бесцветные 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 1971 г.) — 1235,85.

(Измененная редакция, Изм. № 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.

Т а б л и ц а 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 молибденовокислого 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 ( $\text{SiO}_2$ ), %, не более	0,0005	0,0005	Не нормируется
4. Массовая доля нитратов ( $\text{NO}_3$ ), %, не более	0,002	0,003	Не нормируется
5. Массовая доля сульфатов ( $\text{SO}_4$ ), %, не более	0,005	0,020	0,020
6. Массовая доля фосфатов ( $\text{PO}_4$ ), %, 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. № 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. № 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. № 1).**

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

3.2. **О п р е д е л е н и е м а с с о в о й д о л и м о л и б д е н о в о к и с л о г о а м м о н и я**

3.2.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Бюретка вместимостью 50 см<sup>3</sup> с ценой деления 0,1 см<sup>3</sup>.

Капельница по ГОСТ 25336.

Колба Кн-2—250—34 по ГОСТ 25336.

Пипетка вместимостью 1 (2), 50 см<sup>3</sup>.

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/дм<sup>3</sup> (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/дм<sup>3</sup>; 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 рН 5,2—5,6; готовят следующим образом: 500 г уксуснокислого аммония растворяют в 700 см<sup>3</sup> воды, прибавляют 35 см<sup>3</sup> уксусной кислоты и 80 см<sup>3</sup> глицерина, доводят объем раствора водой до 1500 см<sup>3</sup> и перемешивают.

Комплексонат ванадия, раствор концентрации 0,025 моль/дм<sup>3</sup> (0,025 М); готовят следующим образом: 50 см<sup>3</sup> раствора мета-ванадиевокислого аммония концентрации 0,05 моль/дм<sup>3</sup> смешивают с 50 см<sup>3</sup> раствора ди-Na-ЭДТА концентрации 0,05 моль/дм<sup>3</sup>; 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 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> спирта, 10 см<sup>3</sup> буферного раствора, 1 см<sup>3</sup> раствора метиленового голубого, 1 см<sup>3</sup> раствора дифенилкарбазона. Раствор титруют из бюретки раствором трилона Б до исчезновения фиолетовой окраски, затем прибавляют 1 см<sup>3</sup> раствора комплексоната ванадия (раствор вновь окрашивается в фиолетовый цвет) и продолжают титровать раствором трилона Б до полного перехода фиолетовой окраски в голубую.

### С. 3 ГОСТ 3765—78

#### 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- $\text{Na}$ -ЭДТА концентрации  $0,05$  моль/дм<sup>3</sup>, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>;  
 $0,01765$  — масса молибденовокислого аммония, соответствующая  $1$  см<sup>3</sup> раствора ди- $\text{Na}$ -ЭДТА концентрации  $0,05$  моль/дм<sup>3</sup>, г;  
 $m$  — масса навески препарата, г;  
 $K$  — коэффициент поправки раствора ди- $\text{Na}$ -ЭДТА концентрации  $0,05$  моль/дм<sup>3</sup>.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное  $0,3$  %, при доверительной вероятности  $P = 0,95$ .

#### 3.2.1—3.2.3. (Измененная редакция, Изм. № 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  $250$  см<sup>3</sup> 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  $100$  см<sup>3</sup> воды температурой  $80$ — $100$  °С и сушат в сушильном шкафу при  $105$ — $110$  °С 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. № 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  $10$  см<sup>3</sup>.

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 серноокислая (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  $\text{SiO}_2$ ; готовят по ГОСТ 4212.

##### 3.4.2. Проведение анализа

$1,00$  г препарата помещают в коническую колбу, прибавляют  $20$  см<sup>3</sup> воды и перемешивают, нагревая, до полного растворения препарата — раствор А.

$10$  см<sup>3</sup> раствора А (соответствуют  $0,5$  г препарата) помещают в пробирку, прибавляют  $12$  см<sup>3</sup> воды,  $0,5$  см<sup>3</sup> раствора серной кислоты и оставляют в покое на  $10$  мин. Затем прибавляют  $10$  см<sup>3</sup>