

ГОСТ 10931-74

Группа Л51

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР
РЕАКТИВЫ
НАТРИЙ МОЛИБДЕНОВОКИСЛЫЙ 2-ВОДНЫЙ
ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ
REAGENTS. SODIUM MOLYBDATE 2-AQUEOUS. SPECIFICATIONS

ОКП 26 2112 0470 04

Дата введения 1974-02-15

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности

РАЗРАБОТЧИКИ

Г.В.Грязнов, Н.С.Сафонов

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 14.02.74 N 428

Изменение N 3 принято Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол N 8 от 12.10.95)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Республика Белоруссия	Госстандарт Белоруссии
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикгосстандарт
Туркменистан	Главная государственная инспекция Туркменистана
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

3. Периодичность проверки - 5 лет

4. ВЗАМЕН ГОСТ 10931-64

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 12.1.005-88	6.2
ГОСТ 1770-74	3.2.1; 3.3.1; 3.4.1; 3.5.1; 3.7.1
ГОСТ 3118-77	3.2.1
ГОСТ 3652-69	3.6
ГОСТ 3885-73	2.1; 3.1; 4.1
ГОСТ 4204-77	3.5.1; 3.7.1
ГОСТ 4212-76	3.4.1; 3.5.1; 3.7.1
ГОСТ 4233-77	3.5.1
ГОСТ 4517-87	3.4.1
ГОСТ 5830-79	3.7.1
ГОСТ 6709-72	3.2.1; 3.3.1; 3.4.1; 3.5.1; 3.7.1
ГОСТ 10398-76	3.2.1
ГОСТ 10555-75	3.9
ГОСТ 10671.2-74	3.5.1
ГОСТ 10671.5-74	3.6
ГОСТ 10671.7-74	3.8
ГОСТ 17319-76	3.10
ГОСТ 20490-75	3.5.1
ГОСТ 22159-76	3.2.1
ГОСТ 22280-76	3.8
ГОСТ 25336-82	3.2.1; 3.3.1; 3.5.1
ГОСТ 25794.2-83	3.5.1
ГОСТ 27025-86	3.1a

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

7. ПЕРЕИЗДАНИЕ (январь 1998 г.) с Изменениями N 1, 2, 3, утвержденными в апреле 1977 г., марте 1988 г., мае 1996 г. (ИУС 5-77, 5-88, 8-96)

Настоящий стандарт распространяется на 2-водный молибденовокислый натрий квалификации чистый для анализа и чистый, представляющий собой белый кристаллический порошок, хорошо растворимый в воде.

Формула: $\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$.

Относительная молекулярная масса (по международным атомным массам 1987 г.) - 241,95.

(Измененная редакция, Изм. N 1, 2, 3).

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. 2-водный молибденовокислый натрий должен быть изготовлен в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

(Измененная редакция, Изм. N 2).

1.2. По химическим показателям 2-водный молибденовокислый натрий должен соответствовать требованиям и нормам, указанным в таблице.

Наименование показателя	Норма	
	Чистый для анализа (ч.д.а.) ОКП 26 2112 0472 02	Чистый (ч.) ОКП 26 2112 0471 03
1. Массовая доля 2-водного молибденовокислого натрия ($\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), %, не менее	99,5	98,0
2. Массовая доля нерастворимых в воде веществ, %, не более	0,005	0,020
3. Массовая доля аммонийных солей (NH_4), %, не более	0,001	0,010
4. Массовая доля нитратов (NO_3), %, не более	0,003	0,005
5. Массовая доля сульфатов (SO_4), %, не более	0,005	0,020
6. Массовая доля фосфатов (PO_4), %, не более	0,0005	0,0010
7. Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более	0,003	0,010
8. Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,0005	0,0030
9. Массовая доля тяжелых металлов (Pb), %, не более	0,0005	0,0020

(Измененная редакция, Изм. N 1, 2).

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Правила приемки - по ГОСТ 3885.

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

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

При взвешивании применяют лабораторные весы общего назначения типов ВЛР-200 г и ВЛКТ-500 г-М или ВЛЭ-200 г.

Допускается применять другие средства измерения с метрологическими характеристиками и оборудование с техническими характеристиками не хуже, а также реактивы по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте.

(Измененная редакция, Изм. N 3).

3.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885. Масса средней пробы должна быть не менее 120 г.

3.2. Определение массовой доли 2-водного молибденовокислого натрия

(Измененная редакция, Изм. N 2).

3.2.1. Реактивы, растворы и посуда

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Гидразин дигидрохлорид по ГОСТ 22159, раствор с массовой долей 1%.

Ксиленоловый оранжевый (индикатор), раствор с массовой долей 0,1%; годен в течение месяца.

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

Цинк сернокислый 7-водный, раствор молярной концентрации 0,05 моль/дм³; готовят по ГОСТ 10398.

Уротропин фармакопейный, раствор с массовой долей 20%.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б), раствор молярной концентрации 0,05 моль/дм³; готовят по ГОСТ 10398.

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

Колбы Кн-1-500-29/32 ТХС или Кн-2-500-34(40, 50) ТХС по ГОСТ 25336.

Пипетки градуированные вместимостью 1, 2, 5 и 10 см³.

Цилиндр 1-50(100)-2 по ГОСТ 1770.

(Измененная редакция, Изм. N 2, 3).

3.2.2. Проведение анализа

Около 0,4000 г препарата помещают в колбу, растворяют в 50 см³ воды, прибавляют 8 см³ соляной кислоты, 20 см³ раствора дигидрохлорида гидразина и перемешивают. Раствор нагревают до кипения и упаривают до 1,5-2 см³, не допуская высыхания раствора на дне колбы, для этого в конце выпаривания постоянно перемешивают раствор. Затем смывают стенки колбы 25 см³ воды, прибавляют из бюретки 30 см³ раствора трилона Б, нагревают до кипения и кипятят раствор 2 мин. К охлажденному раствору прибавляют 1 см³ раствора ксиленолового оранжевого, 20 см³

раствора уротропина, доводят объем раствора водой до 300-350 см³, прибавляют еще несколько капель раствора ксиленолового оранжевого и титруют раствором 7-водного сернокислого цинка до перехода оранжево-желтой окраски раствора в кирпично-красную.

(Измененная редакция, Изм. N

2).

3.2.3. Обработка результатов

Массовую долю 2-водного молибденовокислого натрия (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V - V_1) \cdot 0,02419 \cdot 100}{m},$$

где V - объем раствора трилона Б молярной концентрации точно 0,05 моль/дм³, взятый для анализа, см³;

V_1 - объем раствора 7-водного сернокислого цинка молярной концентрации точно 0,05 моль/дм³, израсходованный на титрование, см³;

m - масса навески препарата, г;

0,02419 - масса 2-водного молибденовокислого натрия, соответствующая 1 см³ раствора трилона Б молярной концентрации точно 0,05 моль/дм³, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,4%.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа $\pm 0,9\%$ при доверительной вероятности $P = 0,95$.

(Измененная редакция, Изм. N 2,

3).

3.3. Определение массовой доли нерастворимых в воде веществ

3.3.1. Реактивы и посуда

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Стакан В-1-400 ТХС по ГОСТ 25336.

Тигель ТФ с фильтром класса ПОР 10 или ПОР 16 по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1-250-2 по ГОСТ 1770.

3.3.2. Проведение анализа

20,00 г препарата помещают в стакан и растворяют в 200 см³ воды. Стакан с раствором накрывают часовым стеклом и выдерживают на водяной бане в течение 1 ч. Затем раствор фильтруют через тигель, предварительно высушенный до постоянной массы и взвешенный (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака). Остаток на фильтре промывают 200 см³ горячей воды и сушат в сушильном шкафу при 105-110 °С до постоянной массы.

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

для препарата чистый для анализа - 1 мг,

для препарата чистый - 4 мг.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа $\pm 35\%$ для препарата квалификации ч.д.а. и $\pm 15\%$ для препарата квалификации ч. при доверительной вероятности $P = 0,95$. 3.3.1, 3.3.2. (Измененная редакция, Изм. N 2, 3).

3.4. Определение массовой доли аммонийных солей

3.4.1. Реактивы, растворы и посуда

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Реактив Несслера; готовят по ГОСТ 4517.

Раствор, содержащий NH_4 ; готовят по ГОСТ 4212, соответствующим разбавлением готовят раствор массовой концентрации $0,1 \text{ г/см}^3$.

Пипетки градуированные вместимостью 5 см^3 .

Цилиндр 2-100-2 по ГОСТ 1770.

3.4.2. Проведение анализа

$1,00 \text{ г}$ препарата помещают в цилиндр, растворяют в 100 см^3 воды, прибавляют 2 см^3 реактива Несслера и перемешивают.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая через 5 мин окраска анализируемого раствора не будет интенсивнее окраски раствора, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме:

для препарата чистый для анализа - $0,01 \text{ мг NH}_4$,

для препарата чистый - $0,10 \text{ мг NH}_4$ и 2 см^3 реактива Несслера.

3.4.1, 3.4.2. (Измененная редакция, Изм. N 2, 3).

3.5. Определение массовой доли нитратов

3.5.1. Реактивы, растворы и посуда

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, раствор молярной концентрации $c(1/5\text{KMnO}_4) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$ ($0,1 \text{ н.}$); готовят по ГОСТ 25794.2.

Кислота серная по ГОСТ 4204, х.ч.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233, раствор с массовой долей $0,25\%$.

Раствор, содержащий NO_3 ; готовят по ГОСТ 4212, соответствующим разбавлением готовят раствор массовой концентрации $0,1 \text{ г/см}^3$.

Индигокармин (индигосульфонат натрия) с установленной массовой долей основного вещества, которую определяют по ГОСТ 10671.2. Раствор индигокармина готовят следующим образом: 0,230 г индигокармина (при массовой доле основного вещества менее 95% массу навески индигокармина рассчитывают по формуле $m = 0,23 \frac{100}{X}$, где X - фактическая массовая доля индигокармина в процентах) помещают в мерную колбу вместимостью 250 см³ и растворяют в смеси, состоящей из 200 см³ воды и 25 см³ серной кислоты. Объем раствора доводят водой до метки и тщательно перемешивают.

20 см³ полученного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 50 см³, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

Колбы Кн-2-50-18 ТХС, Кн-2-750-34 ТХС по ГОСТ 25336.

Колбы 2-50-2, 2-250-2 по ГОСТ 1770.

Пипетка вместимостью 20 см³ и пипетки градуированные вместимостью 2, 5 и 10 см³.

Цилиндры 1(2)-50-2, 1(2)-250-2 по ГОСТ 1770.

(Измененная редакция, Изм.

N 2, 3).

3.5.2. Проведение анализа

1,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 50 см³, тщательно вымытую серной кислотой, прибавляют 5 см³ воды и перемешивают до полного растворения препарата. К полученному раствору прибавляют 2 см³ раствора хлористого натрия, перемешивают, прибавляют 1 см³ раствора индигокармина, 10 см³ серной кислоты, тщательно перемешивают и через 10 мин осторожно прибавляют 25 см³ воды.

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

для препарата чистый для анализа - 0,03 мг NO³,

для препарата чистый - 0,05 мг NO³,

2 см³ раствора хлористого натрия, 1 см³ раствора индигокармина и 10 см³ серной кислоты, прибавляемых в том же порядке.

(Измененная редакция, Изм.

N 2).

3.6. Определение массовой доли сульфатов

Определение проводят по ГОСТ 10671.5.

При этом 0,40 г препарата помещают в стаканчик для нефелометрирования, растворяют в 10 см³ воды, прибавляют 3 см³ раствора лимонной кислоты с массовой долей 50% (ГОСТ 3652), далее определение проводят визуально-нефелометрическим методом (способ 1), прибавляя 10 см³ спирта вместо крахмала и заканчивая

определение в объеме 27 см^3 .

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если опалесценция анализируемого раствора не будет интенсивнее опалесценции раствора сравнения, содержащего в таком же объеме:

для препарата чистый для анализа - $0,02 \text{ мг SO}_4$,

для препарата чистый - $0,08 \text{ мг SO}_4$,

3 см^3 раствора лимонной кислоты, 10 см^3 спирта, 1 см^3 раствора соляной кислоты и 3 см^3 раствора хлористого бария.

(Измененная редакция, Изм. N 1,

2).

3.6.1, 3.6.2. (Исключены, Изм. N 1).

3.7. Определение массовой доли фосфатов

3.7.1. Реактивы, растворы и посуда

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

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

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

Раствор, содержащий PO_4 ; готовят по ГОСТ 4212, соответствующим разбавлением готовят раствор массовой концентрации $0,01 \text{ г/см}^3$.

Спирт изоамиловый по ГОСТ 5830.

Пипетки градуированные вместимостью 1, 2, 5 и 10 см^3 .

Цилиндры 1-50-2, 2-100-2 по ГОСТ 1770.

(Измененная редакция, Изм. N 2, 3).

3.7.2. Проведение анализа

$2,00 \text{ г}$ препарата помещают в цилиндр вместимостью 100 см^3 и растворяют в 50 см^3 воды. К раствору прибавляют 10 см^3 раствора серной кислоты, перемешивают, прибавляют 5 см^3 изоамилового спирта и содержимое цилиндра сильно встряхивают, затем объем раствора сразу же доводят водой до 100 см^3 и снова 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 чистый для анализа - $0,01 \text{ мг PO}_4$,

для препарата чистый - $0,02 \text{ мг PO}_4$,

2 см³ раствора молибденовокислого натрия, 10 см³ раствора серной кислоты и 5 см³ изоамилового спирта.

(Измененная редакция, Изм. N

2).

3.8. Определение массовой доли хлоридов

Определение проводят по ГОСТ 10671.7. При этом 0,50 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 50 см³, растворяют в 15 см³ воды, содержащей 1 г трехзамещенного лимоннокислого натрия (ГОСТ 22280), прибавляют 3 см³ раствора азотной кислоты с массовой долей 25% и далее определение проводят визуально-нефелометрическим методом (в объеме 20 см³).

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая через 10 мин опалесценция анализируемого раствора не будет интенсивнее опалесценции раствора, приготовленного одновременно в одних и тех же условиях и содержащего в таком же объеме: для

препарата чистый для анализа - 0,015 мг Cl,

для препарата чистый - 0,050 мг Cl,

1 г трехзамещенного лимоннокислого натрия, 1 см³ раствора азотной кислоты, 1 см³ раствора азотнокислого серебра.

(Измененная редакция, Изм. N 2, 3).

3.8.1, 3.8.2. (Исключены, Изм. N 2).

3.9. Определение массовой доли железа

Определение проводят по ГОСТ 10555 сульфосалициловым методом. При этом 1,00 г препарата помещают в мерную колбу вместимостью 50 см³, прибавляют 20 см³ воды и перемешивают до полного растворения препарата.

К полученному раствору прибавляют 1 см³ раствора соляной кислоты, 2 см³ раствора сульфосалициловой кислоты, перемешивают, затем прибавляют 5 см³ раствора аммиака, доводят объем раствора водой до метки, снова перемешивают и через 10 мин фотометрируют.

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

для препарата чистый для анализа - 0,005 мг,

для препарата чистый - 0,030 мг.

Допускается заканчивать определение визуально.

При разногласиях в оценке массовой доли железа анализ заканчивают фотометрически.

(Измененная редакция, Изм. N 1, 2, 3).

3.10. Определение массовой доли тяжелых металлов

Определение проводят по ГОСТ 17319. При этом 2,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 50 см³, растворяют в 20 см³ воды и далее определение проводят тиацетамидным методом, визуально-колориметрически.

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 чистый для анализа - 0,010 мг Рb,

для препарата чистый - 0,040 мг Рb,

1 см³ раствора 4-водного виннокислого калия-натрия, 2 см³ раствора гидроокиси натрия и 1 см³ раствора тиацетамида.

(Измененная редакция, Изм. N 2, 3).

3.10.1, 3.10.2. (Исключены, Изм. N 2).

4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

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

Вид и тип тары: 2-1, 2-2, 2-4, 2-9.

Группа фасовки: V, VI, VII (не более 10 кг).

(Измененная редакция, Изм. N 2, 3).

4.2. (Исключен, Изм. N 3).

4.3. Препарат перевозят транспортом всех видов в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими на транспорте данного вида.

(Измененная редакция, Изм. N 2).

4.4. Препарат хранят при комнатной температуре в крытых складских помещениях.

5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

5.1. Изготовитель гарантирует соответствие 2-водного молибденовокислого натрия требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

5.2. Гарантийный срок хранения препарата - один год со дня изготовления.

5.1, 5.2. (Измененная редакция, Изм. N 2).

6. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

6.1. 2-водный молибденовокислый натрий токсичен, действует на нервную систему, нарушает обмен веществ, при попадании в виде пыли внутрь организма действует раздражающе на органы пищеварительной системы.

(Измененная редакция, Изм. N 2).

6.2. Предельно допустимая концентрация соединений молибдата в воздухе рабочей зоны производственных помещений - 4 мг/м³.

Препарат относится к веществам 3-го класса опасности по ГОСТ 12.1.005. ПДК в воде хозяйственно-питьевого назначения - 0,25 мг/дм³ (по молибдену) (показатель вредности - санитарно-токсикологический).

(Измененная редакция, Изм. N 2, 3).

6.3. (Исключен, Изм. N 2).

6.4. Помещения, в которых проводятся работы с 2-водным молибденовокислым натрием, должны быть оборудованы местными вытяжными устройствами и непрерывнодействующей приточно-вытяжной вентиляцией.

(Измененная редакция, Изм. N 2, 3).

6.5. При работе с 2-водным молибденовоокислым натрием следует применять индивидуальные средства защиты (респираторы, защитные очки, резиновые перчатки), а также соблюдать правила личной гигиены.

(Введен дополнительно, Изм. N 3).

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