

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-75 6191-138
	Odczynniki Kwas molibdenowy	
	Zamiast PN-54/C-80064	
	Grupa katalogowa X 51	

1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest kwas molibdenowy (hydrat) stosowany jako odczynnik chemiczny.

Kwas molibdenowy ma:

a) wzór ogólny: $H_2MoO_4 \cdot H_2O$,

b) masę cząsteczkową: 179,98.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od zawartości głównego składnika i zanieczyszczeń norma ustala dwa gatunki kwasu molibdenowego, oznaczone:

cz.d.a. – czysty do analizy,

cz. – czysty.

2.2. Przykład oznaczenia kwasu molibdenowego czystego do analizy:

KWAS MOLIBDENOWY cz.d.a. BN-75/6191-138

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Kwas molibdenowy powinien mieć postać białego lub bladożółtego proszku, rozpuszczalnego w amoniaku i w roztworach wodorotlenku sodowego i potasowego.

3.2. Wymagania chemiczne

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
a) Kwasu molibdenowego ($H_2MoO_4 \cdot H_2O$), %, w granicach	98,7÷101,3	97,5÷102,5
b) Substancji nierozpuszczalnych w amoniaku, %, nie więcej niż	0,005	0,01
c) Siarczanów (SO_4^{2-}), %, nie więcej niż	0,01	0,02
d) Chlorków (Cl^-), %, nie więcej niż	0,005	0,01
e) Żelaza (Fe^{3+}), %, nie więcej niż	0,001	0,002
f) Metali ciężkich (Pb^{2+}), %, nie więcej niż	0,002	0,005

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

Kwas molibdenowy należy pakować, przechowywać i transportować zgodnie z PN-70/C-80001.

Zgłoszona przez Polskie Odczynniki Chemiczne
Ustanowiona przez Dyrektora Przedsiębiorstwa Przemysłowo-Handlowego POLSKIE ODCZYNNIKI CHEMICZNE dnia
21 marca 1975 r. jako norma obowiązująca w zakresie produkcji i obrotu od dnia 1 stycznia 1976 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 17/1975 poz. 57)

Rodzaj opakowania: słoiki szklane z nakrętką z tworzywa sztucznego z polietylenową lub inną chemicznie odporną podkładką, lub podkładką tekturową chronioną folią polietylenową, lub folią z innego tworzywa sztucznego, albo słoiki z polietylenem z nakrętką.

Masa opakowań netto: 50 g, 100 g, 250, 500, 1000 g. Na życzenie odbiorców dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowania, jeżeli przeprowadzone próby wykażą, że opakowania te zabezpieczają produkt w sposób nie gorszy od wyżej wymienionych opakowań i jeżeli wymiary opakowań są zgodne z zasadami stosowanego do nich systemu wymiarowego.

5. BADANIA

5.1. Pobieranie próbek. Próbki należy pobierać zgodnie z PN-70/C-80047. Do badań należy pobierać próbki opakowań jednostkowych wg tablicy.

Liczba opakowań wchodzących w skład partii	Liczba próbek jednostkowych
do 5	4
6 ÷ 10	6
11 ÷ 25	10
26 ÷ 50	14
51 ÷ 100	20
101 ÷ 250	22
251 ÷ 500	24
501 ÷ 1000	25

Ogólna masa średniej pobranej próbki powinna wynosić co najmniej 150 g.

5.2. Opis badań

5.2.1. Oznaczanie zawartości kwasu molibdenowego ($H_2MoO_4 \cdot H_2O$)

5.2.1.1. Odczynniki i roztwory

- Kwas azotowy cz.d.a. (1,15).
- Sześciometylenoczteroamina cz.d.a.
- Azotan ołowiu cz.d.a., roztwór 0,05m przygotowany w następujący sposób: 16,56 g azotanu ołowiu $Pb(NO_3)_2$ rozpuścić w wodzie i dopełnić objętość roztworu wodą do 1000 cm^3 . Miano roztworu nastawić wg PN-68/C-04950 p. 2.18.1.
- 4-Pirydylo-2-azorezorcyny sól sodowa (PAR) wsk. 0,1-procentowy roztwór alkoholowy.

5.2.1.2. Wykonanie oznaczania. Około 0,3000 g badanego kwasu molibdenowego rozpuścić w 50 cm^3 wody, roztwór ogrzać do wrzenia, dodać 0,5 g sześciometylenoczteroaminy, 4 krople kwasu azotowego, 15,00 cm^3 roztworu azotanu ołowiu i parę kropli roztworu wskaźnika. Następnie roztwór gotować do jasnożółtego zabarwienia wskaźnika i natychmiast miareczkować roztworem azotanu ołowia-

wego do powstania różowego zabarwienia roztworu.

Zawartość kwasu molibdenowego (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{V \cdot 0,008999 \cdot 100}{m}$$

w którym:

- V – objętość ściśle 0,05m roztworu azotanu ołowiu, cm^3 ,
 0,008999 – ilość kwasu molibdenowego odpowiadająca 1 cm^3 ściśle 0,05m roztworu azotanu ołowiu, g,
 m – odważka badanego kwasu molibdenowego, g.

5.2.2. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w amoniaku. 20,00 g badanego kwasu molibdenowego zwilżyć 50 cm^3 wody w zlewce pojemności 200 cm^3 , po czym dodać 60 cm^3 amoniaku (0,96). Roztwór ogrzewać na wrzącej łaźni wodnej, po rozpuszczeniu utrzymać w tej samej temperaturze w ciągu 15 min, a następnie przesączyć przez zważony uprzednio szklany tygiel do sączenia nr 4.

Pozostałość w tyglu przemyć 50 cm^3 10-procentowego roztworu amoniaku, a następnie 100 cm^3 wrzącej wody i wysuszyć w temperaturze 105 ÷ 110°C do stałej masy.

Badany kwas molibdenowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli masa wysuszonej pozostałości nie przekracza:

- dla odczynnika cz.d.a. – 1 mg,
 dla odczynnika cz. – 2 mg.

5.2.3. Oznaczanie zawartości siarczanów (SO_4^{2-})

5.2.3.1. Odczynniki i roztwory

- Kwas azotowy cz.d.a. (1,15).
- Kwas solny cz.d.a. (1,12).
- Chlorek barowy cz.d.a., roztwór 10-procentowy.
- Roztwór wzorcowy zawierający SO_4^{2-} , przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony wodą 10 ÷ 990.

1 cm^3 rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg SO_4^{2-} .

5.2.3.2. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego kwasu molibdenowego, ogrzewać w ciągu 15 min na wrzącej łaźni wodnej w kolbie stożkowej pojemności 100 cm^3 w mieszaninie 1,5 cm^3 wody i 5 cm^3 kwasu azotowego. Zawartość kolby od czasu do czasu mieszać.

Następnie zawartość kolby ochłodzić, rozcieńczyć wodą do objętości 40 cm^3 i przesączyć.

20 cm^3 przesącza odparować w parownicze do suchości. Nielotną pozostałość wysuszyć w ciągu 15 min w suszarce o temperaturze 105°C, następnie dodać 0,5 cm^3 kwasu solnego i 20 cm^3 wody, roz-

twór przesączyć i dodać 2,5 cm³ roztworu chlorku barowego.

Badany kwas molibdenowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe po upływie 1 godz zmętnienie nie będzie silniejsze niż zmętnienie roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie z badanym, a zawierającego w tej samej objętości 0,5 cm³ kwasu solnego, 2,5 cm³ roztworu chlorku barowego oraz:

dla odczynnika cz.d.a. – 0,05 mg SO₄²⁻,
dla odczynnika cz. – 0,1 mg SO₄²⁻.

5.2.4. Oznaczanie zawartości chlorków (Cl⁻)

5.2.4.1. Odczynniki i roztwory

- Kwas azotowy cz.d.a. (1,15).
- Azotan srebra cz.d.a., 0,1n roztwór.
- Roztwór wzorcowy zawierający jony Cl⁻, przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony wodą 10+990. 1 cm³ rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg Cl⁻.

5.2.4.2. Wykonanie oznaczania. 2,00 g badanego kwasu molibdenowego ogrzewać w ciągu 15 min na wrzącej łaźni wodnej w kolbie stożkowej pojemności 100 cm³ w mieszaninie 20 cm³ wody i 8 cm³ kwasu azotowego. Zawartość kolby od czasu do czasu mieszać. Po ostygnięciu zawartość rozcieńczyć wodą do objętości 40 cm³ i przesączyć przez dobrze odmyty od chlorków sączek.

Do 20 cm³ przesączu dodać 1 cm³ roztworu azotanu srebra.

Badany kwas molibdenowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe zmętnienie w badanym roztworze nie będzie silniejsze niż zmętnienie roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie z badanym, a zawierającego w tej samej objętości 2 cm³ kwasu azotowego, 1 cm³ roztworu azotanu srebra oraz:

dla odczynnika cz.d.a. – 0,05 mg Cl⁻,
dla odczynnika cz. – 0,1 mg Cl⁻.

5.2.5. Oznaczanie zawartości żelaza (Fe³⁺)

5.2.5.1. Odczynniki i roztwory

- Amoniak cz.d.a., roztwór 25-procentowy.
- Kwas sulfosalicylowy cz.d.a., roztwór 20-procentowy.

c) Roztwór wzorcowy zawierający jony Fe³⁺, przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony wodą 10+990. 1 cm³ rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg Fe³⁺.

5.2.5.2. Wykonanie oznaczania. 2,00 g badanego kwasu molibdenowego zadać 5 cm³ amoniaku i rozpuścić ogrzewając po dopełnieniu wodą do 20 cm³.

Następnie do roztworu dodać 2 cm³ roztworu kwasu sulfosalicylowego i 5 cm³ roztworu amoniaku i wymieszać.

Badany kwas molibdenowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zabarwienie roztworu badanego nie będzie intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie, a zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika cz.d.a. – 0,02 mg Fe³⁺,
dla odczynnika cz. – 0,04 mg Fe³⁺.

5.2.6. Oznaczanie zawartości metali ciężkich (Pb²⁺)

5.2.6.1. Odczynniki i roztwory

- Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór 20-procentowy.
- Siarczek sodowy cz.d.a., roztwór 10-procentowy, świeżo przygotowany.
- Roztwór wzorcowy zawierający jony Pb²⁺ przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony 10+990. 1 cm³ rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg Pb²⁺.

5.2.6.2. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego kwasu molibdenowego rozpuścić lekko ogrzewając w 4 cm³ roztworu wodorotlenku sodowego i 15 cm³ wody. Roztwór po oziębieniu rozcieńczyć wodą do 20 cm³ i dodać 0,3 cm³ roztworu siarczku sodowego.

Badany kwas molibdenowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe zabarwienie roztworu badanego nie jest silniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie z badanym a zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika cz.d.a. – 0,02 mg Pb²⁺,
dla odczynnika cz. – 0,05 mg Pb²⁺.

KONIEC

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę – Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe POLSKIE ODCZYNNIKI CHEMICZNE.

2. Istotne zmiany w stosunku do PN-54/C-80004

- wprowadzono oznaczanie zawartości kwasu molibdenowego w miejsce zaw. trójtlenku molibdenowego i unowocześniono metodę oznaczania,
 - wprowadzono oznaczanie zaw. żelaza.
- Dotychczas obowiązująca PN-54/C-80064 zostaje unieważniona z dniem 1 stycznia 1976 r.

3. Normy związane

- PN-68/C-04950 Analiza chemiczna. Kompleksometryczne metody oznaczania zawartości substancji podstawowej
PN-68/C-06500 Analiza chemiczna. Przygotowanie odczynników, roztworów pomocniczych oraz roztworów do kolorymetrii i nefelometrii
PN-70/C-80001 Odczynniki. Pakowanie, przechowywanie i transport
PN-70/C-80047 Odczynniki. Wytyczne pobierania próbek i przygotowania średniej próbki laboratoryjnej