

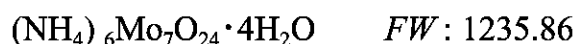


日本工業規格

JIS
K 8905-1994

七モリブデン酸六アンモニウム 四水和物（試薬）

Hexaammonium heptamolybdate tetrahydrate



1. **適用範囲** この規格は、試薬として用いる七モリブデン酸六アンモニウム四水和物について規定する。

備考1. この規格の引用規格を、次に示す。

JIS K 8001 試薬試験方法通則

2. この規格の対応国際規格である **ISO 6353-3** : 1987 Reagents for chemical analysis—Part3 : Specifications—Second series **R65** Hexaammonium heptamolybdate tetrahydrate を翻訳して**附属書**に示す。

なお、表示はこの規格の **8.**による。

2. **共通事項** この規格に共通する事項は、**JIS K 8001** による。

3. **種類** 特級

4. **性質** 七モリブデン酸六アンモニウム四水和物は、次の性質を示す。

(1) **性状** 七モリブデン酸六アンモニウム四水和物は、白い結晶又は結晶性粉末で、水にやや溶けやすく、エタノールに溶けにくい。

(2) **定性方法**

(a) 試料 0.5g に水酸化ナトリウム溶液 (100g/l) 10ml を加えて熱すると、アンモニアのにおいが発生する。

(b) 試料 0.5g に硝酸 (2+1) 10ml を加えて溶かした液に、りん酸水素二ナトリウム溶液 (100g/l) 2ml を加えると黄色の沈殿が生じ、これにアンモニア水 (2+3) 10ml を加えるとその沈殿は溶ける。

5. **品質** 品質は、**6.**によって試験し、**表 1** に適合しなければならない。

表 1 品質

項目	規格値
純度	99.0%以上
水溶状	試験適合
硝酸－硝酸アンモニウム溶液溶状	試験適合
塩化物 (Cl)	0.001%以下
硝酸塩	試験適合
りん酸塩 (PO ₄)	0.000 5%以下
けい酸塩 (SiO ₂)	0.005%以下
硫酸塩 (SO ₄)	0.01%以下
銅 (Cu)	0.001%以下
鉛 (Pb)	0.001%以下
鉄 (Fe)	0.002%以下

6. 試験方法 試験方法は、次のとおりとする。

(1) 純度 99.0%以上

試料 0.2g (0.1mg のけたまではかる) + 200ml + ヘキサメチレンテトラミン 0.5g + 硝酸 (1+2) 0.1ml
→ 50～70℃で 0.05mol/l 硝酸鉛 (II) 溶液⁽¹⁾で滴定 [指示薬：4－(2－ピリジルアゾ) レソルシノール
二ナトリウム溶液⁽²⁾。終点は液の色が黄色から黄みの赤に変わる点]。

0.05mol/l 硝酸鉛 (II) 溶液 1ml は、0.008 828g (NH₄)₆Mo₇O₂₄・4H₂O に相当する。

注⁽¹⁾ 0.05mol/l 硝酸鉛 (II) 溶液 [16.56g Pb(NO₃)₂/l] の調製

調製 硝酸鉛 (II) 17.0g + 硝酸 (1+50) 25ml + 水 1 000ml。

標定 調製した溶液 25ml (正確にとる) + ヘキサメチレンテトラミン溶液 (100g/l) 10ml
+ 硝酸 (1+10) を用いて pH5.2～5.4 に調節→0.05mol/l EDTA2Na 溶液で滴定 (指示
薬：キシレノールオレンジ溶液。終点は液の赤紫が黄色に変わる点)。

計算

$$f = \frac{f_1 \times V}{25}$$

ここに、
 f : 0.05mol/l 硝酸鉛 (II) 溶液のファクター
 f_1 : 0.05mol/l EDTA2Na 溶液のファクター
 V : 滴定に要した 0.05mol/l EDTA2Na 溶液の量 (ml)

(2) 4－(2－ピリジルアゾ) レソルシノール二ナトリウム溶液の調製 4－(2－ピリジルアゾ)
レソルシノール二ナトリウム 0.1g + エタノール (95) (→100ml)。

(2) 水溶状

試料 1g + 水 (→20ml) →加熱して溶かす……澄明。

(3) 硝酸－硝酸アンモニウム溶液溶状

粉末にした試料 5g + 水 (→25ml) (必要ならばろ過) (A 液)。

硝酸 5ml →かき混ぜながら A 液 7.5ml を徐々に加える →かき混ぜながら硝酸アンモニウム溶液⁽³⁾
7.5ml を加える →18 時間放置……澄明。

注⁽³⁾ 硝酸アンモニウム溶液の調製 硝酸アンモニウム 12g + 水 (→15ml)。

(4) 塩化物 (Cl) 0.001%以下

試料側溶液：試料 1.0g + 水 15ml →加熱して溶かす →冷却 + 水 (→20ml)。

標準側溶液：塩化物標準液 (0.01mgCl/ml) 1.0ml + 水 (→20ml)。

操作： JIS K 8001 の 5.7(1)（比濁法）による。

(5) 硝酸塩

試料 1.0g+水 10ml→加熱して溶かす→冷却+インジゴカルミン溶液 (1.8g/l) 0.05ml+硫酸 10ml→5 分間放置……青を保つ。

(6) リン酸塩 (PO_4) 0.000 5%以下

試料側溶液：試料 2.5g→ポリエチレンビーカー200ml にとる+水 70ml→溶かす→塩酸 (1+9) で pH 試験紙を用いて pH4~5 に調節。

標準側溶液：試料 0.5g+りん酸塩標準液 (0.01mg PO_4 /ml) 1.0ml+けい酸塩標準液 (0.01mg SiO_2 /ml) 10ml +水 60ml→溶かす→塩酸 (1+9) で pH 試験紙を用いて pH4~5 に調節。

操作：試料側溶液，標準側溶液それぞれに+臭素水 2ml→塩酸 (1+9) で pH 計を用いて pH1.7~1.9 に調節→ビーカー200ml に移す→沸騰し始めるまで加熱→約 20℃に冷却+水 (→90ml) →分液漏斗 200ml に移す+塩酸 10ml+ジエチルエーテル 20ml→3 分間激しく振り混ぜる→放置→水層を分取〔保存して(7)の試験に用いる〕→ジエチルエーテル層→塩酸 (1+9) 10ml で 4 回洗う→ジエチルエーテル 層+塩化すず (II) 溶液⁽⁴⁾0.2ml→30 秒間激しく振り混ぜる→放置+ジエチルエーテル (→25ml) …… 試料側の色は標準側の青より濃くない。

注⁽⁴⁾ 塩化すず (II) 溶液の調製 塩化すず (II) 二水和物0.2g+塩酸10ml

(7) けい酸塩 (SiO_2) 0.005%以下

試料側溶液：(6)で保存した試料側の水層+水 (→100ml)→分液漏斗 200ml にとる。

標準側溶液：(6)で保存した標準側の水層+水 (→100ml)→分液漏斗 200ml にとる。

操作：試料側溶液，標準側溶液それぞれに+塩酸 10ml+1-ブタノール 50ml→5 分間激しく振り混ぜる→放置→水層を除く→1-ブタノール層+塩酸 (1+9) 10ml で 4 回洗う→1-ブタノール層+塩化すず (II) 溶液⁽⁴⁾0.5ml→30 秒間激しく振り混ぜる→放置+1-ブタノール (→50ml) ……試料側の色は標準側の青より濃くない。

(8) 硫酸塩 (SO_4) 0.01%以下

試料側溶液：試料 1.0g+水 5ml→加熱して溶かす+硝酸 5ml→水浴上で蒸発乾固+〔塩酸 (1+3) 1ml +水 10ml〕→よく浸せきさせる+水 (→50ml) →ろ紙 (5 種 C) を用いてろ過→ろ液 25ml (試料量 0.5g)。

標準側溶液：硝酸 2ml→水浴上で蒸発乾固+塩酸 (1+3) 0.4ml+硫酸塩標準液 (0.01mg SO_4 /ml) 5.0ml +水 (→25ml)。

操作： JIS K 8001 の 5.15(1)（比濁法）による。

(9) 銅 (Cu) 0.001%以下

試料側溶液：試料 10g+水 (→100ml) (X 液) [(10)及び(11)の試験にも用いる]。

標準側溶液：試料 10g+銅標準液 (0.01mgCu/ml) 10ml+鉛標準液 (0.01mgPb/ml) 10ml+鉄標準液 (0.01mgFe/ml) 20ml+水 (→100ml) (Y 液) [(10)及び(11)の試験にも用いる]。

操作： JIS K 8001 の 5.31 (原子吸光法) (1) (直接噴霧法) (d)による。測定波長 324.7nm。

(10) 鉛 (Pb) 0.001%以下

試料側溶液：(9)の X 液。

標準側溶液：(9)の Y 液。

操作： JIS K 8001 の 5.31(1)(d)による。測定波長 283.3nm。

(11) 鉄 (Fe) 0.002%以下

試料側溶液：(9)の X 液。

標準側溶液：(9)の Y 液。

操作：JIS K 8001 の 5.31(1)(d)による。測定波長 248.3nm。

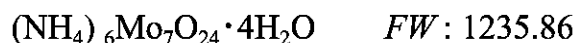
7. **容器** 気密容器とする。

8. **表示** 容器には、次の事項を表示しなければならない。

- (1) 名称 “七モリブデン酸六アンモニウム四水和物” 及び “試薬” の文字
- (2) 種類
- (3) 化学式, 式量
- (4) 品質 (純度)
- (5) 内容量
- (6) 製造番号
- (7) 製造業者名又はその略号

附属書 七モリブデン酸六アンモニウム四水和物—ISO

Hexaammonium heptamolybdate tetrahydrate



1. **適用範囲** この附属書は、七モリブデン酸六アンモニウム四水和物—ISO について規定する。

2. **共通事項** この附属書の試験方法に共通する事項は、JIS K 8001 の附属書 2 による。

3. **種類** ISO

4. **品質**

項目	規格値
純度	99.0%以上
水不溶分	0.01%以下
塩化物 (Cl)	0.002%以下
ひ酸塩, りん酸塩及び けい酸塩(SiO_2 として)	0.001%以下
硫酸塩 (SO_4)	0.02%以下
鉛 (Pb)	0.001%以下

5. **試験方法**

(1) **純度** 99.0%以上

試料約 0.3g を 0.1mg のけたまではかりとり、水 50ml を加えて溶かす。これにヘキサメチレンテトラミン約 4g を加えて pH を 5～6 に調節する。60℃に加熱して指示薬 4- (2-ピリジルアゾ) レソルシノール二ナトリウム溶液 (0.1%) を用いて 0.05mol/l 硝酸鉛(II)溶液で滴定する。溶液の色が黄みの赤になるとさらにヘキサメチレンテトラミンを加える。終点は、黄みの赤から赤に変わる点とする。

0.05mol/l 硝酸鉛(II)溶液 1ml は、0.008 828 g $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}$ に相当する。

(2) **水不溶分** 0.01%以下

試料 10g をとり、JIS K 8001 の附属書 2 の 5.1 (GM 1) による。残分 1mg 以下。

(3) **塩化物 (Cl)** 0.002%以下

試料 1.0g を水 50ml に溶かし、必要ならば洗浄ろ紙でろ過する。その 25ml に硝酸 (R19) 2ml を加えて JIS K 8001 の附属書 2 の 5.2 (GM 2) による。

標準比較液は、塩化物標準液 II (0.01mgCl/ml) 1.0ml を用いて調製する。

(4) **ひ酸塩, りん酸塩及びけい酸塩 (SiO_2 として)** 0.001 %以下

試料 2.5g を白金皿又はポリエチレン容器に入れ、水 70ml を加える。

同様に、標準側溶液を試料 0.5g とけい酸塩標準液 II (0.01mg SiO_2 /ml) 2.0ml を用いて調製する。

試料側溶液、標準側溶液それぞれに塩酸 (1+9) を用いて pH3～4 に調節し、別々のガラスビーカーに移す。これに臭素水 1～2ml を加え、塩酸 (1+9) で pH を 1.7～1.9 に調節する。30 分放置後、塩酸

(R 13) 10ml を加え水で 100ml にした後、別々の分液漏斗に移す。1-ブタノール 1ml と 4-メチル-2-ペンタノン 30ml の混合液で抽出する。水層を除き、有機層を塩酸 (1+99) 10ml で 3 回洗う。有機層に塩酸 (1+99) 10ml を加え、塩化すず(II)二水和物溶液〔塩酸 (R 13) に塩化すず(II)二水和物 (R 38) を加えて 2%にする〕 0.2ml で還元する。

試料側の色は、標準側の青より濃くない。

(5) 硫酸塩 (SO_4) 0.02%以下

試料 1g を熱水 5ml に入れて溶かし、硝酸 (R 19) 5ml を加えて、水浴上で蒸発乾固する。その残分に塩酸 (10%) 1ml を加えて溶かし、水で 40ml にうすめてろ過する。ろ液 20ml (試料量 0.5g) をとり、JIS K 8001 の附属書 2 の 5.3 (GM 3) による。

標準比較液は硫酸塩標準液 I (0.1mg SO_4 /ml) 1.0ml を用いて調製する。

(6) 鉛 (Pb) 0.001%以下

試料 1g を水 50ml に溶かし、アンモニア水 (R 3) 10ml を加える。くえん酸アンモニウム溶液 (40%) 2ml とシアン化カリウム溶液 (10%) 2ml を加えて pH を 9~9.5 に調節し、ジチゾン・四塩化炭素溶液 (0.002%) で抽出する。

標準比較液は鉛標準液 II (0.01mgPb/ml) 1.0ml を用いて調製する。

試料側の色は、標準側の赤より濃くない。

原案作成委員会 構成表

	氏名	所属
(委員長)	久保田 正 明	物質工学工業技術研究所計測化学部
	細 川 幹 夫	通商産業省基礎産業局生物化学産業課
	津 田 博	通商産業省機械情報産業局計量行政室
	地 崎 修	工業技術院標準部繊維化学規格課
	喜多川 忍	通商産業検査所化学部化学標準課
	野々村 誠	都立工業技術センター無機化学部
	加 山 英 男	財団法人日本規格協会
	石 橋 無味雄	厚生省国立衛生試験所
	川 瀬 晃	社団法人日本分析化学会
	柳 瀬 斉 彦	社団法人日本化学工業協会
	藤 貫 正	社団法人日本分析化学会
	並 木 昭	財団法人化学品検査協会
	鶴 田 利 行	硫酸協会
	中 村 靖	日本鋳業協会
	大 槻 孝	社団法人日本鉄鋼協会
	日 暮 喜八郎	第一化学薬品株式会社
	北 田 佳 伸	和光純薬工業株式会社
	高 野 虞美子	東京化成工業株式会社
	中 村 穰	森田化学工業株式会社
	山 岡 宏	片山化学工業株式会社
	飯 岡 寛 一	柳島製薬株式会社
	山 田 和 夫	関東化学株式会社
	平 井 信 次	日本試薬連合会
(事務局)		