

몰리브덴산나트륨

Sodium Molybdate

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

분자량: 241.95

CAS No.: 7631-95-0

함 량 이 품목은 몰리브덴산나트륨($\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) 99.0% 이상을 함유하여야 한다.

성 상 이 품목은 무~흰색의 결정 또는 결정성 분말이다.

확인시험 (1) 이 품목은 염색반응시험법에 따라 시험할 때, 황색을 나타낸다.

(2) 이 품목의 질산산성용액에 인산이나트륨시액을 가하면 황색 침전물이 생성되고 이에 암모니아수를 가해주면 녹는다.

순도시험 (1) 액성 : 이 품목의 수용액(1→20)의 pH는 10.0 이하이어야 한다.

(2) 용상 : 이 품목 1.0g에 물 20mL를 가하여 녹일 때, 그 탁도는 거의 징명 이하이어야 한다.

(3) 암모늄 : 이 품목 1.0g을 정밀히 달아 증류플라스크에 넣고 물 140mL 및 산화마그네슘 2g을 가하여 증류장치에 연결한다. 100mL 플라스크에 흡수액으로 붕산용액(1→200) 20mL를 넣고 증류장치 냉각기의 끝을 흡수액에 담그고 분당 5~7mL가 유출되도록 가열온도를 조절하여 증류액 60mL를 받는다. 냉각기의 아래 끝은 소량의 물로 세척하여 넣고 물을 가하여 100mL로 한 액을 시험용액으로 한다. 따로, 대조액은

암모늄 표준용액(이 액 1mL는 암모늄 0.01mg 함유) 1.0mL를 증류플라스크에 넣은 다음 이하 시험용액과 동일하게 조작하여 증류액 60mL를 받는다. 냉각기의 아래 끝은 소량의 물로 세척하여 넣고 물을 가하여 100mL로 한 액을 대조액으로 한다. 시험용액 30mL와 대조액 30mL를 각각 네슬러관에 넣고 페놀니트로프루시드나트륨시액 6mL씩을 가하여 흔들어서 섞은 다음 차아염소산나트륨·수산화나트륨시액 4mL 및 물을 가하여 50mL씩으로 하고 섞어준 후 60분간 방치한 다음 색을 비교하였을 때, 시험용액의 색은 대조액의 색보다 진하여서는 아니 된다(0.001% 이하).

시 액

페놀니트로프루시드나트륨시액 : 페놀 5g 및 **펜타시아노니트로실철(III)산나트륨이수화물** 25mg에 물을 가하여 500mL로 한다. 이 액은 냉암소에 보존한다.

차아염소산나트륨·수산화나트륨시액 : 차아염소산나트륨 1.05g 및 수산화나트륨 15g에 물을 가하여 1,000mL로 한다. 이 액은 사용 시 조제한다.

(4) 염화물 : 이 품목 1.0g에 묽은 질산 10mL를 가해주고 가열하여 녹여주고 식힌 액을 시험용액으로 하여 염화물시험법에 따라 시험할 때, 그 양은 0.01N 염산 0.14mL에 대응하는 양 이하이어야 한다.

(5) 질산염 : 이 품목 1.0g을 취하여 물 10mL를 가하여 녹이고 인디고카민시액 0.05mL와 황산 10mL를 가하였을 때, 나타난 청색은 5분 이내

에 완전히 사라져서는 아니 된다(0.003% 이하).

(6) 황산염 : 이 품목 1.0g에 뜨거운 물 5mL를 가해주고 녹인 다음 질산 5mL를 가하여 수욕상에서 증발 건조한 다음 염산(1→4) 1mL 및 물 10mL를 가하여 침전시킨 다음 물을 가하여 50mL로 하고 여과한 액을 시험용액으로 하여 황산염시험법에 따라 시험할 때, 그 양은 0.01N 황산 0.1mL에 대응하는 양 이하이어야 한다.

(7) 인산염 : 이 품목 2.5g을 폴리에틸렌(PE) 재질의 비이커에 취하고 물 70mL를 가하여 녹여주고 염산(1→10)을 가하여 pH 4~5로 조절한다. 다음 브롬시액 2mL를 넣고 다시 염산(1→10)으로 pH 1.7~1.9로 조절한다. 이 액을 유리비이커에 옮겨 끓기 시작할 때까지 가열하고 약 20°C로 식힌 다음 물을 가하여 90mL로 하고 200mL 분액깔때기에 옮겨 준다. 이에 염산 10mL와 에테르 20mL를 넣어 3분간 세계 흔들어 섞고 물층을 취하여 A액으로 한다. 에테르층은 염산(1→10) 10mL씩 4회 세척하고 에테르층에 염화제일주석시액(염화제일주석 2g에 염산을 가하여 100mL로 한 액) 0.2mL를 가하여 30초간 흔들어 섞은 다음 에테르를 넣어 25mL로 한 액의 색은 다음의 대조액의 색보다 진하여서는 아니 된다. 따로, 이 품목 0.5g을 폴리에틸렌(PE) 재질의 비이커에 취하고 인산염표준용액(0.01mg/mL) 1mL, 규산염표준용액(0.01mg/mL) 10mL 및 물 60mL를 가하여 녹여주고 염산(1→10)을 가하여 pH 4~5로 조절한다. 다음 브롬시액 2mL를 넣고 다시 염산(1→10)으로 pH 1.7~1.9로 조절한다. 이 액을 유리 비이커에 옮겨 끓기 시작할 때까지 가열하고 약 2

0℃로 식힌 다음 물을 가하여 90mL로 하고 200mL 분액깔때기에 옮겨 준다. 이에 염산 10mL와 에테르 20mL를 넣어 3분간 세게 흔들어 섞고 물층을 취하여 B액으로 한다. 에테르층을 염산(1→10) 10mL씩 4회 세척하고 에테르층에 상기 염화제일주석시액 0.2mL를 가하여 30초간 흔들어 섞은 다음 에테르를 넣어 25mL로 한 청색의 액을 대조액으로 한다(0.0005% 이하).

(8) 규산염 : 순도시험 (7)의 A액에 물을 가하여 100mL로 하고 200mL 분액깔때기에 옮겨주고 이에 염산 10mL 및 n-부탄올 50mL를 넣고 5분간 세게 흔들어 섞은 다음 물층은 버리고 n-부탄올층은 염산(1→10) 10mL씩 4회 세척한 다음 n-부탄올층에 (7)항의 염화제일주석시액 0.5mL를 넣어 30분간 흔들어 섞어주고 n-부탄올을 가하여 50mL로 한 액의 색은 다음의 대조액의 색보다 진하여서는 아니 된다. 따로, 순도시험 (7)의 B액에 물을 가하여 100mL로 하고 200mL 분액깔때기에 옮겨주고 이에 염산 10mL 및 n-부탄올 50mL를 넣고 5분간 세게 흔들어 섞은 다음 물층은 버리고 n-부탄올층은 염산(1→10) 10mL씩 4회 세척한 다음 n-부탄올층에 (7)항의 염화제일주석시액 0.5mL를 넣어 30분간 흔들어 섞어주고 n-부탄올을 가하여 50mL로 한 청색의 액을 대조액으로 한다(0.005% 이하).

(9) 납 : 이 품목 5.0g을 취하여 원자흡광광도법 또는 유도결합플라즈마발광광도법에 따라 시험할 때, 그 양은 2.0ppm 이하이어야 한다.

(10) 철 : 이 품목 0.4g에 물을 가하여 40mL로 하고 10% 수산화나트륨 용액 5mL를 넣어 5분간 끓여주고 식힌 다음 10% 주석산용액 30mL를

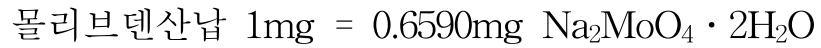
넣고 200mL 분액깔때기에 옮겨준다. 이에 염산히드록실아민·과염소산암모늄시액 20mL 및 암모니아수(2→5) 3mL를 넣고 pH 4로 조절한 후 0.2% *o*-페난트로린용액 2mL를 넣은 다음 20~35℃에서 15분간 방치하고 클로로포름 10mL씩 2회 30초간 세게 흔들어 추출한다. 클로로포름층을 합해주고 이에 클로로포름을 가하여 25mL로 한 액의 색은 다음의 대조액의 색보다 진해서는 아니 된다. 따로, 철 표준용액 (0.01mg/mL) 0.8mL에 물을 가하여 40mL로 하고 10% 수산화나트륨용액 5mL를 넣어 5분간 끓여주고 식힌 다음 10% 주석산용액 30mL를 넣고 200mL 분액깔때기에 옮겨준다. 이에 염산히드록실아민·과염소산암모늄시액 20mL 및 암모니아수(2→5) 3mL를 넣고 pH 4로 조절한 후 0.2% *o*-페난트로린용액 2mL를 넣은 다음 20~35℃에서 15분간 방치하고 클로로포름 10mL씩 2회 30초간 세게 흔들어 추출한다. 클로로포름층을 합해주고 이에 클로로포름을 가하여 25mL로 한 등적색의 액을 대조액으로 한다(0.002% 이하).

시 액

염산히드록실아민·과염소산암모늄용액 : 염산히드록실아민 25g에 60% 과염소산시액 4.3mL, 물 200mL 및 암모니아수 46mL를 가하여 pH4로 조절한 후 물을 가하여 500mL로 한다.

정 량 법 이 품목 0.6g을 정밀히 달아 물 50mL를 가하여 녹인 후 초산 (1→3) 2mL 및 물을 가하여 200mL로 하여 끓을 때까지 열을 가한 다음 초산납시액을 가하여 5분간 끓인 다음 방치하여 침전을 가라앉힌다.

이를 여과한 후 납이온의 반응이 없어질 때까지 따뜻한 물로 씻어 주고
침전을 건조한 다음 560~625℃에서 회화하여 몰리브덴산납의 무게를
측정한다.



시 액

초산납시액 : 초산납 1.5g에 물을 가하여 20mL로 하고 이 액에 초산
5방울을 가한다.