Государственный стандарт Союза ССРГОСТ 25794.1-83"Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для кислотно-основного титрования" (утв. постановлением Государственного комитета СССР по стандартамот 23 мая 1983 г. N 2302)

Reagents. Methods of preparation of standard volumetric solutions for acid-base titration

Срок действия с 1 июля 1984 г.

до 1 июля 2001 г.

Введен впервые

Настоящий стандарт распространяется на реактивы и устанавливает методы приготовления следующих титрованных растворов для кислотно-основного титрования и проверки их молярных концентраций:

кислота серная, растворы молярных концентраций:

c $\left(1/2\ H_2SO_4\right)=1$ моль/дм^3 (1 н.);

c $\left(1/2\ H_2SO_4\right)=0{,}5$ моль/дм^3 (0,5 н.);

c $\left(1/2\ H_2SO_4\right)=0{,}1$ моль/дм^3 (0,1 н.);

кислота соляная, растворы молярных концентраций:

c $\left(HCl\right)=1$ моль/дм^3 (1 н.);

c $\left(HCl\right)=0{,}5$ моль/дм^3 (0,5 н.);

c $\left(HCl\right)=0{,}1$ моль/дм^3 (0,1 н.);

натрия гидроокись, растворы молярных концентраций:

c $(NaOH)=1$ моль/дм^3 (1 н.);

c $(NaOH)=0{,}5$ моль/дм^3 (0,5 н.);

c $(NaOH)=0{,}1$ моль/дм^3 (0,1 н.).

1. Общие указания

1.1. Титрованные растворы предназначены для титриметрических определений и содержат в определенном объеме точно известные количества активного вещества.

За основу расчетов при приготовлении и проверке титрованных растворов взято понятие "молярная масса эквивалента". Числовое значение молярной массы эквивалента равно числовому значению ранее применявшегося грамм-эквивалента.

1.2. При приготовлении титрованных растворов должны соблюдаться требования ГОСТ 27025-86.

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

Допускается применение других средств измерения с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также реактивов по качеству не ниже указанных.

(Измененная редакция, Изм. N 1).

1.3. Растворы индикаторов готовят по ГОСТ 4919.1-77. Вспомогательные реактивы и растворы - по ГОСТ 4517-87.

1.4. Для приготовления растворов гидроокисей используют дистиллированную воду, не содержащую углекислоты, приготовленную по ГОСТ 4517-87. Для приготовления других растворов и при титровании используют дистиллированную воду по ГОСТ 6709-72.

1.5. Для приготовления титрованных растворов используют твердые вещества, взвешивая их (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до второго десятичного знака), и концентрированные растворы веществ, отмеряя их пипеткой (ГОСТ 20292-74) или бюреткой (ГОСТ 20292-74) с ценой деления 0,1 см^3. Допускается готовить титрованные растворы, используя стандарт-титры (фиксаналы) в ампулах.

При приготовлении больших объемов титрованных растворов твердые вещества взвешивают на весах ВЛКТ-1000 и концентрированные растворы отмеряют цилиндром.

1.4; 1.5. (Измененная редакция, Изм. N 1).

1.6. Приготовленные титрованные растворы тщательно перемешивают.

1.7. Определение точной молярной концентрации вещества в растворе

1.7.1. Точную молярную концентрацию (с) $\left(моль/дм^3\right)$ с коэффициентом поправки вычисляют по формуле

$$c = c_1 \cdot K$$,

где c_1 - заданная молярная концентрация вещества в растворе, $моль/дм^3$;

K - коэффициент поправки.

1.7.2. Точную молярную концентрацию (с) $\left(моль/дм^3\right)$ без коэффициента поправки вычисляют по формуле

$$c = \frac{m_1 \cdot 1000}{M_1 \cdot V}$$,

где m_1 - масса навески установочного вещества, г;

M_1 - молярная масса эквивалента установочного вещества, г/моль;

V - объем анализируемого раствора, израсходованный на титрование, $см^3$.

Точная молярная концентрация вещества в растворе выражается четырьмя значащими цифрами после запятой.

1.8. Определение коэффициента поправки

Коэффициент поправки (K) определяют по установочным веществам или их растворам.

1.8.1. При применении установочного вещества коэффициент поправки вычисляют по формуле

$$K = \frac{m_1 \cdot 1000}{M_1 \cdot c_1 \cdot V}$$,

где m_1 - масса навески установочного вещества, г;

M_1 - молярная масса эквивалента установочного вещества, г/моль;

c_1 - заданная молярная концентрация вещества в растворе, $моль/дм^3$;

V - объем анализируемого раствора, израсходованный на титрование, $см^3$.

1.8.2. При применении раствора установочного вещества (заданная молярная концентрация обоих растворов одинаковая) коэффициент поправки вычисляют

по формуле

$$K = \frac{V_1 \cdot K_1}{V},$$

где V_1 - объем раствора установочного вещества, взятый или израсходованный на титрование, $см^3$;

K_1 - коэффициент поправки раствора установочного вещества;

V - объем анализируемого раствора, взятый или израсходованный на титрование, $см^3$.

1.9. При установлении коэффициента поправки необходимо применять калиброванную мерную посуду, гарантирующую требуемую точность измерения (приложение 2).

Титрование проводят в конических колбах (ГОСТ 25336-82), вместимостью 250 $см^3$.

Воду добавляют цилиндром (ГОСТ 1770-74).

1.10. Для установления коэффициента поправки используют не менее трех навесок установочного вещества, взвешивая их (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого знака). Необходимые массы навесок указаны в пунктах при определении коэффициентов поправки.

При применении растворов установочных веществ используют не менее трех разных объемов установочного вещества (например, от 30-40 $см^3$ при применении бюреток вместимостью 50 $см^3$ с ценой деления 0,10 $см^3$ или от 15 до 20 $см^3$ при применении бюреток вместимостью 25 $см^3$ с ценой деления 0,05 $см^3$. Применяются калиброванные бюретки по ГОСТ 20292-74 (приложение 2).

1.11. Коэффициент поправки вычисляют с точностью до четвертого десятичного знака по каждой навеске установочного вещества или по каждому объему раствора установочного вещества. Расхождения между коэффициентами не должны превышать 0,001. Из вычисленных значений коэффициентов берут среднее арифметическое. Это значение коэффициента поправки должно быть равным $1{,}00 \pm 0{,}03$. Если коэффициент поправки выходит из указанных пределов, то раствор соответственно укрепляют или разбавляют.

1.12. Коэффициент поправки рекомендуется устанавливать при 20°С, при этой же температуре применяют титрованные растворы.

Если коэффициент поправки устанавливают и раствор применяют при других температурах, то вводят температурную поправку (см. табл. 1, 2 приложения 1).

1.9 - 1.12. (Измененная редакция, Изм. N 1).

1.13. Коэффициент поправки проверяют один раз в месяц, если раствор устойчив, соблюдены условия хранения, указанные в п. 1.17, и нет других указаний.

1.14. Допускается готовить растворы точной молярной концентрации, для которых коэффициент поправки не определяют. В этом случае навеску специально подготовленного установочного вещества или ГСО 1-го разряда для титрометрии взвешивают (результат взвешивания записывают в граммах с точностью до четвертого десятичного знака) и приготовление проводят в калиброванной мерной посуде.

(Измененная редакция, Изм. N 1).

1.15. Если титрованный раствор применяют для потенциометрического титрования, коэффициент поправки устанавливают потенциометрически в условиях проведения анализа.

1.16 Титрованные растворы готовят и хранят в стеклянных бутылках, склянках с тубусом (ГОСТ 25336-82), растворы щелочей - в полиэтиленовых бутылках.

Склянки с тубусом или бутылки должны быть соединены со склянками для промывания газов СПЖ (ГОСТ 25336-82), содержащими некоторый объем того же раствора, а для щелочей - еще с трубками типа ТХ-П (ГОСТ 25336-82), содержащими поглотитель ХП-И или другие поглотители углекислого газа.

Склянки с тубусом или бутылки для растворов веществ, разлагающихся под действием света, должны быть из темного стекла или покрашены черным лаком.

(Измененная редакция, Изм. N 1).

1.17. Титрованные растворы хранят в помещениях при комнатной температуре в местах, защищенных от попадания прямых солнечных лучей.

1.18. На склянках с тубусом или бутылках с титрованным раствором указывают: название раствора, заданную молярную концентрацию, коэффициент поправки, применяемый индикатор, дату (число, месяц, год) и температуру установления коэффициента поправки.

Допускается вместо заданной молярной концентрации и коэффициента поправки указывать значение точной молярной концентрации с четырьмя значащими цифрами после запятой. При потенциометрическом титровании вместо индикатора приводят указание о применении потенциометрического метода.

(Измененная редакция, Изм. N 1).

1.19. Титрованные растворы, в которых при хранении появились хлопья или осадок, не должны применяться.

1.20. Титрованные растворы меньшей молярной концентрации вещества, чем указано в настоящем стандарте, готовят из титрованных растворов большей молярной концентрации соответствующим разбавлением водой, не содержащей углекислоты, если нет других указаний. Коэффициент поправки

титрованного раствора большей молярной концентрации переносится на раствор меньшей молярной концентрации с учетом разбавления в калиброванной мерной посуде.

Разбавленные титрованные растворы применяют свежеприготовленными.

(Измененная редакция, Изм. N 1).

2. Приготовление титрованных растворов

2.1. Кислоты серная и соляная, растворы молярных концентраций: с $\left(1/2\ H_2SO_4\right)$ и с (HCl)=1 $моль/дм^3$; 0,5 $моль/дм^3$ и 0,1 $моль/дм^3$

Формула H_2SO_4	Формула CHl
Относительная молекулярная масса - 98,07	Относительная молекулярная масса - 36,46
Молярная масса эквивалента - 49,04 г/моль	Молярная масса эквивалента - 36,46 г/моль

2.1.1. Реактивы и растворы

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

Барий хлористый по ГОСТ 4108-72, раствор с массовой долей 20%.

Кислота серная по ГОСТ 4204-77.

Кислота соляная по ГОСТ 3118-77, концентрированная и растворы концентраций: с (HCl) - 0,1 $моль/дм^3$ (0,1 н.) и 0,01 $моль/дм^3$ (0,01 н.).

Фенолфталеин (индикатор) по ТУ 6-09-5360-87, спиртовой раствор с массовой долей 0,1%.

Метиловый оранжевый (индикатор) по ТУ 6-09-5171-84, раствор с массовой долей 0,1%.

Метиловый красный (индикатор) по ТУ 6-09-5169-84, спиртовой раствор с массовой долей 0,1%.

Смешанный кислотно-основной индикатор (метиловый красный и метиленовый голубой).

Натрий бромид по ТУ 6-09-5331-87.

Натрий тетраборнокислый 10-водный по ГОСТ 4199-76, препарат с массовой долей основного вещества $\left(100{,}0\pm0{,}2\right)$ %, готовят по п. 2.1.1.1;

Натрий хлористый по ГОСТ 4233-77.

Натрий углекислый по ГОСТ 83-79, предварительно прокаленный; готовят по п. 2.1.1.2.

Поглотитель химический известковый ХП-И по ГОСТ 6755-88 или известь натронная.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300-87.

2.1.1.1. Приготовление 10-водного тетраборнокислого натрия

Для получения препарата, точно отвечающего формуле $Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$, 100 г препарата растворяют в 550 $см^3$ воды при 50 - 60°С (при более высокой температуре кристаллизуется $Na_2B_4O_7 \cdot 5H_2O$. Раствор фильтруют, охлаждают до 25 - 30°С и энергично перемешивают. При этом происходит кристаллизация 10-водного тетраборнокислого натрия. Образующиеся кристаллы отфильтровывают и вторично подвергают кристаллизации в тех же условиях. Затем кристаллы высушивают между листами фильтровальной бумаги, помещают тонким слоем в чашку Петри и доводят до постоянной массы, выдерживая в эксикаторе над смоченными водой кристаллами бромида натрия. Кристаллы 10-водного тетраборнокислого натрия сохраняют в стаканчике для взвешивания (ГОСТ 25336-82) в том же эксикаторе при тех же условиях.

Массовую долю воды определяют следующим образом: 10,00 г препарата, перекристаллизованного и доведенного до постоянной массы, высушивают в платиновом тигле (ГОСТ 6563-75) сначала на водяной бане, затем на песчаной бане или в сушильном шкафу (примерно 200°С), после этого - в муфельной печи при 700 - 800°С до постоянной массы (результат взвешивания записывают в граммах до третьего десятичного знака), что составляет 0,01% избытка или недостатка влаги).

2.1.1.2. Приготовление безводного углекислого натрия

Углекислый натрий прокаливают при 270 - 300°С до постоянной массы в день установки титра. Для этого некоторое количество препарата в платиновом тигле с крышкой помещают на песчаную баню так, чтобы уровень песка снаружи был не ниже уровня препарата в тигле. Термометр помещают в песок около тигля, причем резервуар со ртутью термометра должен находиться на уровне препарата в тигле. Баню нагревают постепенно до 270 - 300°С, препарат выдерживают при этой температуре около 2 ч, периодически перемешивая платиновым шпателем и тщательно следя за тем, чтобы температура не поднималась свыше 300°С. Прокаливание допускается проводить в высокотемпературном электрическом шкафу с регулируемой температурой. После охлаждения препарат взвешивают и повторяют прокаливание до достижения постоянной массы.

Для контроля полноты прокаливания навеску 0,15 - 0,25 г прокаленного препарата растворяют в воде, прибавляют 5 - 7 г хлористого натрия, охлаждают до 0°С, прибавляют 2 - 3 капли раствора фенолфталеина и титруют из бюретки 1(2)-2-50-0,1 (ГОСТ 20292-74) раствором соляной кислоты 0,1 $моль/дм^3$ до обесцвечивания раствора. Замечают показания бюретки ("а" $см^3$), затем прибавляют 1 каплю раствора метилового оранжевого,

продолжают титрование до перехода желтой окраски раствора в розовую и замечают показания бюретки от начала титрования ("б" $см^3$). Если отношение $б/а=2$, прокаливание считают законченным. Если отоношение $б/а>2$ (т. е. не весь бикарбонат превратился в карбонат), прокаливание продолжают.

Прокаленный препарат переносят в банку с пришлифованной пробкой и сохраняют в эксикаторе с известковым химическим поглотителем ХП-И. Массовая доля основного вещества должна быть $(100\pm0{,}2)$ %.

Массовую долю гидроокиси натрия в углекислом натрии определяют следующим образом: 30 $см^3$ воды помещают в коническую колбу Кн-1-100-14/23 ТХС (ГОСТ 25336-82) и кипятят в течение 2 мин. Затем прибавляют 2 г анализируемого углекислого натрия и закрывают колбу пробкой, в которую вставлена трубка с известковым химическим поглотителем ХП-И. Сразу после растворения соли к горячему раствору приливают 25 $см^3$ раствора хлористого бария и две капли раствора фенолфталеина. После этого колбу закрывают той же пробкой, взбалтывают и охлаждают. Если раствор окрасится, его титруют из бюретки 6-2-2(5) или 7-2-3(10) (ГОСТ 20292-74) до обесцвечивания раствором соляной кислоты 0,01 $моль/дм^3$. На титрование должно расходоваться не более 1 $см^3$ раствора соляной кислоты, что соответствует массовой доле гидроокиси натрия 0,02%.

2.1.2. Приготовление растворов кислот

Растворы кислот готовят разбавлением соответствующих концентрированных кислот. Для приготовления 1 $дм^3$ раствора берут объемы серной и соляной кислот, указанные в табл. 1, 2.

Таблица 1

Плотность серной кислоты ρ, $г/см^3$	Объем концентрированной серной кислоты, необходимый для приготовления 1 $дм^3$ раствора, $см^3$		
	с $(1/2H_2SO_4)=1$ $моль/дм^3$ (1 н.)	с $(1/2H_2SO_4)=0{,}5$ $моль/дм^3$ (0,5 н.)	с $(1/2H_2SO_4)=0{,}1$ $моль/дм^3$ (0,1 н.)
1,830	29,0	14,5	2,9
1,835	28,6	14,3	2,8

Таблица 2

Плотность соляной кислоты ρ, $г/см^3$	Объем концентрированной соляной кислоты, необходимый для приготовления 1 $дм^3$ раствора, $см^3$		
	с (HCl) = 1 $моль/дм^3$ (1 н.)	с (HCl) = 0,5 $моль/дм^3$ (0,5 н.)	с (HCl)= 0,1 $моль/дм^3$ (0,1 н.)
1,174	90,0	45,0	9,0
1,188	85,0	42,5	8,5

Отмеренный объем кислоты осторожно при перемешивании вливают в воду и

доводят объем раствора водой до 1 $дм^3$.

2.1-2.1.2. (Измененная редакция, Изм. N 1).

2.1.3. Определение коэффициента поправки

2.1.3.1. Определение коэффициента поправки по безводному углекислому натрию

Формула Na_2CO_3 .

Относительная молекулярная масса - 105,99.

Молярная масса эквивалента - 53,00 г/моль.

В зависимости от молярной концентрации приготовленного раствора кислоты навески безводного углекислого натрия взвешивают в закрытом стаканчике для взвешивания в соответствии с табл. 3.

Навеску помещают в коническую колбу, прибавляют 40 $см^3$ воды, добавляют 3-4 капли раствора смешанного индикатора и титруют из бюретки раствором кислоты до перехода зеленой окраски раствора в красно-фиолетовую (для растворов массовой концентрации 0,1 $моль/дм^3$ переход наблюдается на фоне молочного стекла).

Таблица 3

Заданная молярная концентрация титрованных растворов		Масса навески Na_2CO_3 , г
серной кислоты	соляной кислоты	
с $(1/2H_2SO_4)=1$ $моль/дм^3$ (1 н.)	с (HCl) = 1 $моль/дм^3$ (1 н.)	От 1,6000 до 2,1000 г
с $(1/2H_2SO_4)=0,5$ $моль/дм^3$ (0,5 н.)	с (HCl) = 0,5 $моль/дм^3$ (0,5 н.)	" 0,8000 " 1,0000 г
с $(1/2H_2SO_4)=0,1$ $моль/дм^3$ (0,1 н.)	с (HCl) = 0,1 $моль/дм^3$ (0,1 н.)	" 0,1600 " 0,2100

Затем раствор нагревают, кипятят 2-3 мин для удаления углекислоты и после охлаждения продолжают титрование до перехода вновь появившейся окраски раствора в красно-фиолетовую.

Допускается применять в качестве индикатора метиловый оранжевый, при этом окраска раствора переходит из желтой в оранжевую.

2.1.3.2. Определение коэффициента поправки по 10-водному тетраборнокислому натрию (для раствора молярной концентрации 0,1 $моль/дм^3$)

Формула $Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$.

Относительная молекулярная масса - 381,37.

Молярная масса эквивалента - 190,68 г/моль.

0,6000-0,8000 г 10-водного тетраборнокислого натрия помещают в коническую колбу, растворяют при энергичном взбалтывании в 30 - 60 $см^3$ теплой (50 - 60°С) воды, охлаждают до комнатной температуры, добавляют 3 - 4 капли раствора метилового красного и титруют из бюретки раствором серной или соляной кислоты концентрации 0,1 $моль/дм^3$ до перехода желтой окраски в розовато-оранжевую.

2.1.3.1; 2.1.3.2. (Измененная редакция, Изм. N 1).

2.1.3.3. (Исключен, Изм. N 1).

2.1.4. Растворы кислот, которые хранятся продолжительное время, могут увеличивать свою молярную концентрацию за счет испарения воды. При наличии на стенках склянки с тубусом или бутылки капель воды раствор перед применением необходимо взбалтывать.

2.2. Натрия гидроокись, растворы молярных концентраций: с (NaOH)=1 $моль/дм^3$, 0,5 $моль/дм^3$ и 0,1 $моль/дм^3$

Формула NaOH.

Относительная молекулярная масса - 40,00.

Молярная масса эквивалента - 40,00 г/моль,

2.2.1. Реактивы и растворы.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

Калий йодноватокислый по ГОСТ 8504-71, препарат с массовой долей основного вещества $(100,0 \pm 0,2)$ %; готовят высушиванием при 100°С до постоянной массы. При необходимости проводят перекристаллизацию (2-3 раза) из трехкратного количества воды с перемешиванием во время кристаллизации.

Кислота серная по ГОСТ 4204-77, растворы молярных концентраций: с $(1/2\ H_2SO_4) = 1$ $моль/дм^3$ (1 н.); 0,5 $моль/дм^3$ (0,5 н.); 0,1 $моль/дм^3$ (0,1 н.) или

кислота соляная по ГОСТ 3118-77, растворы молярных концентраций с (HCl) = 1 $моль/дм^3$ (1 н.); 0,5 $моль/дм^3$ (0,5 н.); 0,1 $моль/дм^3$ (0,1 н.).

Метиловый оранжевый (индикатор) по ТУ 6-09-5171-84, раствор с массовой долей 0,1%.

Фенолфталеин (индикатор) по ТУ 6-09-5360-87, спиртовой раствор с массовой долей 1%.

Смешанный кислотно-основной индикатор (метиловый красный и метиленовый голубой).

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328-77.

Кислота янтарная по ГОСТ 6341-75, препарат с массовой долей основного вещества $(100,0 \pm 0,2)$ %, готовят следующим образом: 100 г препарата растворяют при кипячении в 165 $см^3$ воды, раствор фильтруют и охлаждают при перемешивании до комнатной температуры, выделившиеся кристаллы отфильтровывают и вторично перекристаллизовывают в тех же условиях, затем высушивают между листами фильтровальной бумаги до тех пор, пока они не перестанут прилипать к стеклянной палочке. Перекристаллизованную янтарную кислоту пересыпают в банку с пришлифованной пробкой и хранят в эксикаторе, наполненном хлоридом кальция, высушенным при 100°С. В день установления коэффициента поправки навеску помещают в стаканчик для взвешивания и сушат до постоянной массы при температуре (100 ± 5) °С.

Калий гидрофталат (калий фталевокислый кислый).

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300-87.

2.2.2. Приготовление растворов

250 г гидроокиси натрия растворяют в фарфоровом (ГОСТ 9147-80) или фторопластовом стакане в 250 $см^3$ воды. После охлаждения раствора до комнатной температуры его переносят в стеклянный или полиэтиленовый сосуд, закрывают резиновой или полиэтиленовой пробкой и в течение 2-3 недель выдерживают до полного осаждения углекислого натрия, не растворимого в растворе гидроокиси натрия указанной концентрации.

В отстоявшемся прозрачном концентрированном растворе устанавливают массовую концентрацию гидроокиси натрия по плотности (с применением таблиц) или титрованием. При титриметрическом определении 1 $см^3$ раствора, отобранного пипеткой 4(5)-2-1 (ГОСТ 20292-74), доводят водой до 40 $см^3$ и титруют из бюретки (ГОСТ 20292-74) вместимостью 50 $см^3$ раствором серной или соляной кислоты молярной концентрации 1 $моль/дм^3$. 1 $см^3$ раствора серной кислоты молярной концентрации точно с $(1/2\ H_2SO_4) = 1\ моль/дм^3$ или соляной кислоты молярной концентрации точно с (HCl) = 1 $моль/дм^3$ соответствует 0,04 г гидроокиси натрия.

Для приготовления 1 $дм^3$ раствора гидроокиси натрия берут объемы концентрированного раствора, соответствующие массам гидроокиси натрия в граммах, указанным в табл. 4.

Таблица 4

Концентрация раствора	с (NaOH) = 1 $моль/дм^3$ (1 н.)	с (NaOH) = 0,5 $моль/дм^3$ (0,5 н.)	с (NaOH) = 0,1 $моль/дм^3$ (0,1 н.)
Масса гидроокиси натрия, г	40,0	20,0	4,0

Затем объем раствора доводят водой до 1 $дм^3$.

Раствор концентрации 1 $моль/дм^3$ хранят в полиэтиленовой или стеклянной склянке с тубусом и бутылке, парафинированной внутри.

2.1.4-2.2.2. (Измененная редакция, Изм. N 1).

2.2.3. Определение коэффициента поправки

2.2.3.1. Определение коэффициента поправки по соляной или серной кислоте

30-40 $см^3$ раствора кислоты соответствующей концентрации, отмеренных из бюретки, помещают в коническую колбу, добавляют 3 - 4 капли раствора смешанного индикатора и титруют из бюретки раствором гидроокиси натрия до перехода красно-фиолетовой окраски раствора в зеленую.

Раствор гидроокиси натрия с коэффициентом поправки, определенным по соляной или серной кислоте, рекомендуется применять при титровании сильных минеральных кислот.

2.2.3.2. Определение коэффициента поправки по калию йодноватокислому кислому (для раствора молярной концентрации 0,1 $моль/дм^3$ (0,1 н.)

Формула $KJO_3 \cdot HJO_3$.

Относительная молекулярная масса - 389,91.

Молярная масса эквивалента - 389,91 г/моль.

1,2000 - 1,5000 г кислого йодноватокислого калия помещают в коническую колбу и растворяют в 100 $см^3$ горячей воды. После охлаждения добавляют 3 - 4 капли раствора смешанного индикатора и титруют из бюретки раствором гидроокиси натрия до перехода красно-фиолетовой окраски в зеленую.

Раствор гидроокиси натрия с коэффициентом поправки, определенным по кислому йодноватокислому калию, рекомендуется применять при титровании сильных минеральных кислот.

2.2.3.3. Определение коэффициента поправки по янтарной кислоте

Формула $CO_2H(CH_2)_2CO_2H$.

Относительная молекулярная масса - 118,09.

Молярная масса эквивалента - 59,04 г/моль.

В зависимости от молярной концентрации приготовленного раствора гидрокиси натрия навески янтарной кислоты взвешивают в стаканчике для взвешивания в соответствии с табл. 5.

Таблица 5

Молярная концентрация	c (NaOH) = 1 моль/дм^3 (1 н.)	c (NaOH) = 0,5 моль/дм^3 (0,5 н.)	c (NaOH) = 0,1 моль/дм^3 (0,1 н.)
Масса янтарной кислоты, г	2,0000-2,4000	1,0000-1,2000	0,2000-0,2400

Навеску янтарной кислоты помещают в коническую колбу, растворяют в 40 см^3 воды, добавляют 2 - 3 капли раствора фенолфталеина и титруют из бюретки раствором гидроокиси натрия до появления не исчезающей в течение 50 - 60 с розовой окраски.

Раствор гидроокиси натрия с коэффициентом поправки, определенным по янтарной кислоте, рекомендуется применять при титровании органических кислот и слабых минеральных кислот.

2.2.3.1-2.2.3.3. (Измененная редакция, Изм. N 1).

2.2.3.4. Допускается определять коэффициент поправки по кислому фталевокислому калию с применением фенолфталеина в качестве индикатора или ГСО 1-го разряда N 2216-81.

(Введен дополнительно, Изм. N 1).

Приложение 1

Обязательное

Таблица 1

Приведение объемов титрованных растворов при данной температуре к объемам при 20°С (для 1000 см^3)

Температура, °С	Вода, растворы молярной концентрации 0,01 моль/дм^3 и раствор HCl 0,1 моль/дм^3	Растворы молярной концентрации				
		0,1 моль/дм^3 (кроме HCl)	0,5 моль/дм^3 HCl	1 моль/дм^3 HCl	0,5 моль/дм^3 NaOH	1 моль/дм^3 NaOH
5	+1,5	+1,7	+.1,9	+2,3	+2,35	+3,6
6	+1,5	+1,65	+1,85	+2,2	+2,25	+3,4
7	+1,4	+1,6	+1,8	+2,15	+2,2	+3,2
8	+1,4	+1,55	+1,75	+2,1	+2,15	+3,0
9	+1,4	+1,5	+1,7	+2,0	+2,05	+2,7
18	+1,3	+1,45	+1,6	+1,9	+1,95	+2,5
11	+1,2	+1,35	+1,5	+1,8	+1,8	+2,3
12	+1,1	+1,3	+1,4	+1,6	+1,7	+2,0
13	+1,0	+1.1	+1,2	+1,4	+1,5	+1,8
14	+0,9	+1,0	+1,1	+1,2	+1,3	+1,6
15	+0,8	+0,9	+0,9	+1,0	+1,1	+1,3
16	+0,6	+0,7	+0,8	+0,8	+0,9	+1,1
17	+0,5	+0,6	+0,6	+0,6	+0,7	+0,8
18	+0,3	+0,4	+0,4	+0,4	+0,5	+0,6
19	+0,2	+0,2	+0,2	+0,2	+0,2	+0,3
24	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
21	-0,2	-0,2	-0,2	-0,2	-0,2	-0,3
22	-0,4	-0,4	-0,4	-0,5	-0,5	-0,6
23	-0,6	-0,6	-0,7	-0,7	-0,8	-0,9
24	-0,8	-0,9	-0,9	-1,0	-1,0	-1,2
25	-1,0	-1,1	-1,1	-1,2	-1,3	-1,5
26	-1,3	-1,4	-1,4	-1,4	-1,5	-1,8
27	-1,5	-1,7	-1,7	-1,7	-1,8	-2,1
28	-1,8	-2,0	-2,0	-2,0	-2,1	-2,4
29	-2,1	-2,3	-2,3	-2,3	-2,4	-2,8
30	-2,3	-2,5	-2,5	-2,6	-2,8	-3,2

Числа в графах 2 - 7 выражают объемы в кубических сантиметрах, которые следует прибавить (+) к 1000 см^3 соответствующей жидкости при t°С или вычесть (-) от 1000 см^3, чтобы получить объем титрованного раствора при 20°С.

Примеры

1. В колбу вместимостью 1 дм^3 калиброванную при 20°С, необходимо налить при 15°С раствор азотнокислого серебра 0,1 моль/дм^3. По табл. 1 находим, что при 20°С этот раствор займет объем больший на 0,9 см^3.

2. Из бюретки, калиброванной при 2°С, при 25°С израсходовано на титрование 34,75 см^3 раствора гидроокиси натрия концентрации 1 моль/дм^3. При 20°С

расход реактива будет следующий:

$$34{,}75-\frac{34{,}75\cdot 1{,}5}{1000}=34{,}75-0{,}05=34{,}70\ см^3$$

.

Таблица 2

Поправки объемов разбавленных растворов при разных температурах

Температура, °С	Объем, $см^3$					
	10	20	25	30	40	50
	Поправка					
10	+0,01	+0,03	+0,03	+0,04	+0,05	+0,06
12	+0,01	+0,02	+0,03	+0,03	+0,04	+0,06
14	+0,01	+0,02	+0,02	+0,03	+0,04	+0,05
16	+0,01	+0,01	+0,02	+0,02	+0,03	+0,03
18	0,00	+0,01	+0,01	+0,01	+0,01	+0,02
20	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
22	0,00	-0,01	-0,01	-0,01	-0,02	-0,02
24	-0,01	-0,02	-0,02	-0,02	-0,03	-0,04
26	-0,01	-0,03	-0,03	-0,04	-0,05	-0,06
28	-0,02	-0,03	-0,04	-0,05	-0,07	-0,09
30	-0,02	-0,03	-0,05	-0,07	-0,09	-0,12

Табл. 2 пользуются при работе с растворами концентрации 0,1 $моль/дм^3$ или более разбавленными.

Приложение 1. (Измененная редакция, Изм. N 1).

Приложение 2

Обязательное

Калибровка мерной посуды

1. Общие указания

1.1. Перед употреблением мерной посуды проверяют ее вместимость. Мерные колбы калибруют "на вливание", а бюретки и пипетки - "на выливание".

1.2. Перед проведением калибровки мерную посуду тщательно моют. Пипетки и бюретки не сушат, а мерные колбы ополаскивают этиловым спиртом или ацетоном и сушат на воздухе.

1.3. Калибровку мерной посуды вместимостью до 50 $см^3$ проводят с применением весов типа ВЛР-200 г (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до третьего десятичного знака), свыше 50 $см^3$ - с применением весов типа ВЛКТ-500 г-М или ВЛР-1 (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до второго десятичного знака).

1.4. Для взвешивания применяют стаканчики для взвешивания (ГОСТ 25336-82) или конические колбы (с пробками) с взаимозаменяемым конусом (ГОСТ 25336-82).

1.5. При калибровке мерной колбы и пипетки взвешивание проводят "методом замещения" с использованием свинцовой дроби.

1.6. Для калибровки применяют дистиллированную воду известной температуры.

2. Реактивы

Ацетон по ГОСТ 2603-79.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

Дробь охотничья, спортивная и картечь по ГОСТ 7837-76 (дробь свинцовая).

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300-87.

3. Калибровка мерной колбы

Сухую мерную колбу помещают на правую чашку весов и взвешивают. На левую чашку весов ставят стакан и добавляют свинцовую дробь до уравновешивания. Колбу снимают и на ее место ставят разновесы до достижения положения равновесия. (Для одночашечных весов "метод замещения" применять необязательно).

Осторожно наполняют колбу водой до метки. Окончательную установку уровня воды в колбе до метки проводят прибавлением (или удалением) нескольких капель воды при помощи стеклянной трубочки с оттянутым концом (или тонкой пипеткой) так, чтобы нижний край мениска воды касался верхнего края метки на колбе. Колбу с водой помещают на правую чашку весов, на левую чашку помещают стакан. Снова уравновешивают чашки добавлением свинцовой дроби. Колбу с водой снимают и ставят разновесы до достижения положения равновесия. Разность результатов двух взвешиваний соответствует массе воды, находящейся в колбе при данной температуре.

Операцию заполнения колбы водой и ее взвешивания повторяют три раза и вычисляют среднее арифметическое трех значений.

Истинный объем $\left(V_{ист\ 20^\circ}\right)$ колбы вычисляют по формуле

$$V_{ист\ 20^\circ} = V_{20^\circ} \cdot m_t ,$$

где $V_{20°}$ - объем, занимаемый 1,000 г воды, приведенный к 20°С, в соответствии с табл. 1, $см^3$;

m_t - масса воды, находящейся в колбе при данной температуре, г.

Таблица 1

Объем, занимаемый 1,000 г воды, взвешенный на воздухе с помощью разновесов из нержавеющей стали с учетом поправок на взвешивание на воздухе и изменение объема

Температура, °С	Объем, приведенный к 20°С, $см^3$	Температура, °С	Объем, приведенный к 20°С, $см^3$
10	1,0016	21	1,0030
11	4,0016	22	1,0032
12	1,0017	23	1,0034
13	1,0018	24	1,0036
14	1,0019	25	1,0037
15	1,0020	26	1,0041
16	1,0022	27	1,0043
17	1,0023	28	1,0046
18	1,0025	29	1,0048
19	1,0026	30	1,0052
20	1.0028		

4. Калибровка пипетки

Наполняют пипетку водой. Для этого нижний ее конец опускают в сосуд с водой и осторожным всасыванием наполняют пипетку на несколько миллиметров выше отметки. Верхнее отверстие закрывают указательным пальцем. Наполненную пипетку приподнимают над водой и, удерживая вертикально, устанавливают отметку на уровне глаз так, чтобы круговая линия отметки казалась прямой. Сверху пипетку протирают фильтровальной бумагой. Затем слегка приподнимают палец, закрывающий верхнее отверстие, избыток воды медленно сливают из пипетки до тех пор, пока нижний край мениска не коснется отметки. Если при этом на кончике пипетки появится капля, ее снимают, касаясь кончиком пипетки стенки сосуда. Переносят содержимое пипетки в предварительно взвешенный стаканчик для взвешивания или коническую колбу. Во время сливания воды пипетку держат в вертикальном положении. После окончания сливания прикасаются нижним концом пипетки к внутренней стенке стаканчика для взвешивания или

конической колбы, закрывают крышкой или пробкой и взвешивают. Все операции взвешивания проводят как при калибровке мерной колбы.

По разности результатов взвешиваний определяют массу воды, вылитой из пипетки при данной температуре. Операцию заполнения пипетки водой и взвешивание повторяют три раза и берут среднее арифметическое трех значений.

Вычисление истинного объема пипетки проводят по формуле, приведенной в п. 3.

5. Калибровка бюретки

Калибровку бюретки вместимостью 25 и 50 $см^3$ проводят через 5 $см^3$, вместимостью 10 $см^3$ - через 1 $см^3$. Для определения коэффициента поправки в титрованных растворах бюретки вместимостью 50 $см^3$ в интервале 20 - 40 $см^3$ калибруют через каждый 1 $см^3$.

Для калибровки бюретку устанавливают в вертикальном положении, заполняют водой выше верхней отметки (нулевое деление), предварительно заполнив нижний оттянутый конец бюретки выше крана (следя за тем, чтобы не было пузырьков воздуха). Устанавливают уровень воды на нулевом делении так, чтобы нижний край мениска касался нулевой отметки, удаляют висящую на кончике бюретки каплю. Под бюретку устанавливают предварительно взвешенный стаканчик для взвешивания или коническую колбу и сливают определенный объем воды со скоростью около 10 $см^3/мин$. Все операции взвешивания проводят, как при калибровке мерной колбы.

По разности результатов взвешиваний определяют массу воды, отмеренной в бюретке между делениями при данной температуре. Калибровку проводят для всех интервалов, начиная от нулевой отметки, как указано выше.

Операцию сливания и взвешивания отмеренного объема воды проводят три раза и берут среднее арифметическое трех значений.

Поправку объема бюретки (ΔV) рассчитывают по формуле

$$\Delta V = V_{20^\circ} \cdot m_t - V_{ном},$$

где V_{20° - объем воды, занимаемый 1,000 г воды, приведенный к 20°С (см. табл. 1), $см^3$;

m_t - масса воды, отмеренная по бюретке для каждого интервала объема при данной температуре, г;

$V_{ном}$ - номинальный объем интервала бюретки, $см^3$.

Поправки вычисляют для всех интервалов и строят кривую поправок, откладывая по оси абсцисс номинальные объемы бюретки, а по оси ординат - значения поправок.

Для получения истинного объема, отмеренного по бюретке, к номинальной вместимости прибавляют (или вычитают, в зависимости от ее знака) найденную поправку.

Приложение 2. (Введено дополнительно, Изм. N 1).