



НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

Хімічні реактиви

**МЕТОДИ ГОТУВАННЯ РОЗЧИНІВ
ДЛЯ ТИТРУВАННЯ ОСАДЖЕННЯМ
І НЕВОДНОГО ТИТРУВАННЯ
ТА ВИЗНАЧЕННЯ ЇХНЬОЇ
МОЛЯРНОЇ КОНЦЕНТРАЦІЇ**

ДСТУ 7260:2012

Видання офіційне



Київ
МІНЕКОНОМРОЗВИТКУ УКРАЇНИ
2013

БЗ № 7—12—2012/24

ПЕРЕДМОВА

1 РОЗРОБЛЕНО: Технічний комітет стандартизації «Аналіз газів, рідких та твердих речовин» (ТК 122), Державне підприємство «Всеукраїнський державний науково-виробничий центр стандартизації, метрології, сертифікації та захисту прав споживачів» Мінекономрозвитку України («Укрметртестстандарт»)

РОЗРОБНИКИ: **В. Гаврилкін**; **С. Кулик**, канд. хім. наук; **М. Рожнов**, канд. хім. наук (науковий керівник); **М. Урда**, канд. техн. наук

2 ПРИЙНЯТО ТА НАДАНО ЧИННОСТІ: наказ Мінекономрозвитку України від 28 листопада 2012 р. № 1354

3 УВЕДЕНО ВПЕРШЕ (зі скасуванням в Україні ГОСТ 25794.3–83)

Право власності на цей документ належить державі.
Відтворювати, тиражувати та розповсюджувати його повністю або частково
на будь-яких носіях інформації без офіційного дозволу заборонено.
Стосовно врегулювання прав власності треба звертатися до Мінекономрозвитку України

Мінекономрозвитку України, 2013

ЗМІСТ

| | |
|---|----|
| | с. |
| 1 Сфера застосування | 1 |
| 2 Нормативні посилання | 1 |
| 3 Терміни та визначення понять | 3 |
| 4 Вимоги щодо безпеки | 3 |
| 5 Готування титрованого розчину амонію роданіду та визначання його молярної концентрації | 3 |
| 5.1 Правила готування титрованого розчину амонію роданіду та визначення його молярної концентрації | 3 |
| 5.2 Засоби вимірювання, допоміжні пристрої, реактиви та матеріали | 3 |
| 5.3 Методика готування титрованого розчину амонію роданіду | 3 |
| 5.4 Методика визначення молярної концентрації розчину амонію роданіду | 3 |
| 5.5 Правила опрацювання результатів випробування | 4 |
| 5.6 Правила оформлення результатів випробування | 4 |
| 5.7 Правила зберігання та використання титрованого розчину | 4 |
| 5.8 Збіжність і відтворюваність результатів випробування | 4 |
| 6 Готування титрованого розчину калію роданіду та визначання його молярної концентрації | 4 |
| 6.1 Правила готування титрованого розчину калію роданіду та визначення його молярної концентрації | 4 |
| 6.2 Засоби вимірювання, допоміжні пристрої, реактиви та матеріали | 5 |
| 6.3 Методика готування титрованого розчину калію роданіду | 5 |
| 6.4 Методика визначення молярної концентрації розчину калію роданіду | 5 |
| 6.5 Правила опрацювання результатів випробування | 5 |
| 6.6 Правила оформлення результатів випробування | 5 |
| 6.7 Правила зберігання та використання титрованого розчину | 5 |
| 7 Готування титрованого розчину срібла азотнокислого та визначання його молярної концентрації | 5 |
| 7.1 Правила готування титрованого розчину срібла азотнокислого та визначення його молярної концентрації | 5 |
| 7.2 Засоби вимірювання, допоміжні пристрої, реактиви та матеріали | 5 |
| 7.3 Методика готування титрованого розчину срібла азотнокислого | 6 |
| 7.4 Методика визначення молярної концентрації розчину срібла азотнокислого | 6 |

| | | |
|-----------|--|----|
| 7.5 | Правила опрацювання результатів випробування | 6 |
| 7.6 | Правила оформлення результатів випробування | 7 |
| 7.7 | Правила зберігання та використання титрованого розчину | 7 |
| 8 | Готування та визначання молярної концентрації титрованого розчину хлорної кислоти в оцтовій кислоті | 7 |
| 8.1 | Правила готування титрованого розчину хлорної кислоти в оцтовій кислоті та визначення його молярної концентрації | 7 |
| 8.2 | Засоби вимірювання, допоміжні пристрої, реактиви та матеріали | 7 |
| 8.3 | Методика готування титрованого розчину хлорної кислоти в оцтовій кислоті | 8 |
| 8.4 | Методика визначення молярної концентрації розчину хлорної кислоти в оцтовій кислоті | 8 |
| 8.5 | Правила опрацювання результатів випробування | 9 |
| 8.6 | Правила оформлення результатів випробування | 9 |
| 8.7 | Правила зберігання титрованого розчину | 9 |
| 8.8 | Збіжність і відтворюваність результатів випробування | 9 |
| Додаток А | Розраховування температурних поправок до значень молярної концентрації компонентів титрованих розчинів | 9 |
| Додаток Б | Приклад розрахунку об'єму розчину срібла азотнокислого, витраченого під час потенціометричного титрування натрію хлориду | 10 |
| Додаток В | Методика очищення калію гідрофталату | 11 |
| Додаток Г | Готування та визначання молярної концентрації титрованого розчину срібла азотнокислого | 12 |
| Додаток Д | Густина водних розчинів хлорної кислоти | 14 |
| Додаток Е | Бібліографія | 15 |

НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

ХІМІЧНІ РЕАКТИВИ

**МЕТОДИ ГОТУВАННЯ РОЗЧИНІВ
ДЛЯ ТИТРУВАННЯ ОСАДЖЕННЯМ І НЕВОДНОГО ТИТРУВАННЯ
ТА ВИЗНАЧЕННЯ ЇХНЬОЇ МОЛЯРНОЇ КОНЦЕНТРАЦІЇ**

ХИМИЧЕСКИЕ РЕАКТИВЫ

**МЕТОДЫ ПРИГОТОВЛЕНИЯ РАСТВОРОВ
ДЛЯ ТИТРОВАНИЯ ОСАЖДЕНИЕМ И НЕВОДНОГО ТИТРОВАНИЯ
И ОПРЕДЕЛЕНИЯ ИХ МОЛЯРНОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ**

CHEMICAL REAGENTS

**METHODS OF PREPARATION
OF SOLUTIONS FOR PRECIPITATION AND UNWATER TITRATION
AND DETERMINATION OF THEIRS MOLAR CONCENTRATION**

Чинний від 2013-03-01

1 СФЕРА ЗАСТОСУВАННЯ

Цей стандарт поширюється на хімічні реактиви і встановлює методи готування, визначення молярної концентрації та зберігання розчинів для титрування осадженням та неводного титрування:

- розчину амонію роданіду з молярною концентрацією 0,1 моль/дм³;
- розчину калію роданіду з молярною концентрацією 0,1 моль/дм³;
- розчину срібла азотнокислого з молярною концентрацією 0,1 моль/дм³;
- розчину хлорної кислоти з молярною концентрацією 0,1 моль/дм³ в оцтовій кислоті.

2 НОРМАТИВНІ ПОСИЛАННЯ

У цьому стандарті є посилання на такі нормативні документи:

ДСТУ 2215-93 Розчини та індикатори. Терміни та визначення

ДСТУ 2216-93 Реактиви та особливо чисті речовини. Позначення та методи визначення чистоти. Терміни та визначення

ДСТУ 7259:2012 Хімічні реактиви. Методи готування розчинів для окислювально-відновного титрування та визначення їхньої молярної концентрації

ДСТУ 7261:2012 Продукти хімічні технічні. Методи визначення густини рідин

ДСТУ EN 45501:2007 Прилади неавтоматичні зважувальні. Загальні технічні вимоги та методи випробувань (EN 45501:1992, IDT)

ДСТУ ISO 3696:2003 Вода для застосування в лабораторіях. Вимоги та методи перевіряння (ISO 3696:1987, IDT)

ДСТУ ISO/IEC 17025:2006 Загальні вимоги до компетентності випробувальних та калібрувальних лабораторій (ISO/IEC 17025:2005, IDT)

ГОСТ 12.1.005–88 ССБТ. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны (ССБП. Загальні санітарно-гігієнічні вимоги до повітря робочої зони)

ГОСТ 450–77 Кальций хлористый технический. Технические условия (Кальцію хлорид технічний. Технічні умови)

ГОСТ 1277–75 Реактивы. Серебро азотнокислое. Технические условия (Реактиви. Срібло азотнокисле. Технічні умови)

ГОСТ 1770–74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия (Посуд мірний лабораторний скляний. Циліндри, мензурки, колби, пробірки. Загальні технічні умови)

ГОСТ 3956–76 Силикагель технический. Технические условия (Силікагель технічний. Технічні умови)

ГОСТ 4139–75 Реактивы. Калий роданистый. Технические условия (Реактиви. Калію роданід. Технічні умови)

ГОСТ 4204–77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия (Реактиви. Кислота сірчана. Технічні умови)

ГОСТ 4221–76 Реактивы. Калий углекислый. Технические условия (Реактиви. Калій вуглекислий. Технічні умови)

ГОСТ 4233–77 Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия (Реактиви. Натрію хлорид. Технічні умови)

ГОСТ 4328–77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия (Реактиви. Натрію гідроксид. Технічні умови)

ГОСТ 4461–77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия (Реактиви. Кислота азотна. Технічні умови)

ГОСТ 4517–87 Реактивы. Методы приготовления вспомогательных реактивов и растворов, применяемых при анализе (Реактиви. Методи готування допоміжних реактивів та розчинів, які застосовують під час аналізування)

ГОСТ 4919.1–77 Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления растворов индикаторов (Реактиви та особливо чисті речовини. Методи готування розчинів індикаторів)

ГОСТ 5815–77 Реактивы. Ангидрид уксусный. Технические условия (Реактиви. Ангідрид оцтовий. Технічні умови)

ГОСТ 6755–88 Поглотитель химический известковый ХП-И. Технические условия (Поглинач хімічний вапняний ХП-И. Технічні умови)

ГОСТ 9147–80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия (Посуд та обладнання лабораторні порцелянові. Технічні умови)

ГОСТ 12026–76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия (Папір фільтрувальний лабораторний. Технічні умови)

ГОСТ 13647–78 Реактивы. Пиридин. Технические условия (Реактиви. Піридин. Технічні умови)

ГОСТ 19814–74 Кислота уксусная синтетическая и регенерированная. Технические условия (Кислота оцтова синтетична та регенерована. Технічні умови)

ГОСТ 22180–76 Реактивы. Кислота щавелевая. Технические условия (Реактиви. Кислота щавлева. Технічні умови)

ГОСТ 25336–82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры (Посуд та обладнання лабораторні скляні. Типи, основні параметри та розміри)

ГОСТ 27067–86 Реактивы. Аммоний роданистый. Технические условия (Реактиви. Амонію роданід. Технічні умови)

ГОСТ 28498–90 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний (Термометри рідинні скляні. Загальні технічні вимоги. Методи випробування)

ГОСТ 29252–91 (ИСО 385-2–84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 2. Бюретки без времени ожидания (Посуд лабораторний скляний. Бюретки. Часть 2. Бюретки без часу очікування)

НПАОП 40.1-1.21–98 Правила безпечної експлуатації електроустановок споживачів

НПАОП 73.1-1.11–12 Правила охорони праці під час роботи в хімічних лабораторіях.

3 ТЕРМІНИ ТА ВИЗНАЧЕННЯ ПОНЯТЬ

У цьому стандарті використано терміни, установлені в ДСТУ 2215: розчин, титрований розчин; у ДСТУ 2216: хімічний реактив, хімічно чистий (реактив), чистий для аналізу (реактив), особливо чиста речовина, а також у ДСТУ 7259: вільна від газів вода.

4 ВИМОГИ ЩОДО БЕЗПЕКИ

Під час готування та визначання молярних концентрацій розчинів виконують вимоги НПАОП 40.1-1.21 та НПАОП 73.1-1.11, а також вимоги щодо безпеки, наведені в технічній документації на хімічний реактив, який використовують для готування розчину.

Уміст шкідливих речовин у повітрі робочої зони не повинен перевищувати гранично допустимих концентрацій, установлених згідно з ГОСТ 12.1.005.

До виконання робіт залучають персонал відповідно до вимог ДСТУ ISO/IEC 17025.

5 ГОТУВАННЯ ТИТРОВАНОГО РОЗЧИНУ АМОНІЮ РОДАНІДУ ТА ВИЗНАЧАННЯ ЙОГО МОЛЯРНОЇ КОНЦЕНТРАЦІЇ

5.1 Правила готування титрованого розчину амонію роданіду та визначення його молярної концентрації

Готують титрований розчин і визначають його молярну концентрацію, дотримуючись правил, наведених у 5.1 ДСТУ 7259.

Температуру, за якої визначають молярну концентрацію титрованого розчину, має бути зафіксовано. Якщо цей розчин використовують за температури іншої, ніж температура, за якої визначали його молярну концентрацію, значення цієї молярної концентрації коригують відповідно до поправок, наведених у додатку А.

5.2 Засоби вимірювання, допоміжні пристрої, реактиви та матеріали

Для готування титрованого розчину та визначення його молярної концентрації використовують такі засоби вимірювання, допоміжні пристрої, реактиви та матеріали:

- ваги лабораторні класу точності не нижче ніж середній — згідно з ДСТУ EN 45501;
- бюретку місткістю 50 см³ — згідно з ГОСТ 29252 (ИСО 385-2);
- стакан будь-якого типу та виконання, місткістю 200 см³ — згідно з ГОСТ 25336;
- колбу Кн-1—250—29/32 — згідно з ГОСТ 25336;
- колбу 2—1000—1 — згідно з ГОСТ 1770;
- воду для застосування в лабораторіях будь-якого класу — згідно з ДСТУ ISO 3696;
- азотну кислоту — згідно з ГОСТ 4461;
- амонію роданід — згідно з ГОСТ 27067;
- амоній залізо (III) сульфат — згідно з чинним нормативним документом;
- водний розчин з масовою часткою амоній залізо (III) сульфату 80 г/дм³;
- титрований розчин срібла азотнокислого з молярною концентрацією 0,1 моль/дм³ — згідно з розділом 7;
- папір фільтрувальний лабораторний марки ФБ або ФС — згідно з ГОСТ 12026 або папір фільтрувальний — згідно з чинним нормативним документом.

5.3 Методика готування титрованого розчину амонію роданіду

У стакан вміщують 7,8 г амонію роданіду та 100 см³ води для застосування в лабораторіях (далі — вода). Розчин перемішують до повного розчинення амонію роданіду і фільтрують крізь паперовий фільтр. Прозорий фільтрат переносять у мірну колбу і доводять об'єм розчину до позначки водою.

5.4 Методика визначення молярної концентрації розчину амонію роданіду

У конічну колбу за допомогою бюретки вміщують 40 см³ титрованого розчину срібла азотнокислого. Додають 50 см³ води, перемішують розчин, додають 2 см³ азотної кислоти та 1 см³ водного розчину амоній залізо (III) сульфату.

Титрують уміст колби розчином амонію роданіду, постійно перемішуючи. Титрування припиняють після появи коричнево-червоного забарвлення над осадом, яке не зникає упродовж 1 хв. Записують об'єм реактивів, використаних під час титрування.

5.5 Правила опрацювання результатів випробування

Молярну концентрацію розчину амонію роданіду $c_{\text{NH}_4\text{SCN}}$ у молях на кубічний дециметр обчислюють за формулою (1):

$$c_{\text{NH}_4\text{SCN}} = \frac{V_{\text{AgNO}_3} \cdot c_{\text{AgNO}_3}}{V_{\text{NH}_4\text{SCN}}}, \quad (1)$$

де V_{AgNO_3} — об'єм розчину срібла азотнокислого, використаного під час титрування, см^3 ;
 c_{AgNO_3} — молярна концентрація розчину срібла азотнокислого, моль/дм^3 ;
 $V_{\text{NH}_4\text{SCN}}$ — об'єм розчину амонію роданіду, використаного під час титрування, см^3 .

5.6 Правила оформлення результатів випробування

Результати випробування оформлюють згідно з ДСТУ ISO/IEC 17025 і записують із точністю до 0,0001 моль/дм^3 .

5.7 Правила зберігання та використання титрованого розчину

5.7.1 Розчин зберігають у закоркованій скляній пляшці.

5.7.2 Під час видалення розчину з посудини потрібно запобігати впливу газів та водяної пари, що є в повітрі лабораторії. Для цього повітря, яке заміщує видалену з посудини частину розчину, потрібно пропускати через осушувальну трубку, яка містить секції, заповнені поглиначем хімічним вапняним згідно з ГОСТ 6755 (розмір частинок від 0,8 мм до 2 мм), щавлевою кислотою згідно з ГОСТ 22180 та безводним кальцію хлоридом згідно з ГОСТ 450 (розмір частинок від 2 мм до 5 мм).

5.7.3 Якщо титрований розчин використовують за температури, яка відрізняється від температури, за якої визначали його молярну концентрацію, до цього значення концентрації розчину вносять поправку відповідно до додатку А.

5.7.4 Молярну концентрацію приготованого титрованого розчину визначають щомісяця.

5.8 Збіжність і відтворюваність результатів випробування

5.8.1 Характеристики збіжності

Різниця між результатами вимірювання молярної концентрації розчину амонію роданіду з номінальним значенням 0,1 моль/дм^3 , отриманими одним виконавцем у тій самій лабораторії в один день, із ймовірністю 95 % не перевищує 0,0003 моль/дм^3 . Експериментальний середній квадратичний відхил (далі — СКВ) результатів такого вимірювання становить 0,0001 моль/дм^3 за кількості ступенів свободи 38.

Різниця між результатами вимірювання, розрахованими як середнє арифметичне значення результатів двох послідовних визначень молярної концентрації розчину амонію роданіду з номінальним значенням 0,1 моль/дм^3 , отриманими одним виконавцем у тій самій лабораторії в різні дні, із ймовірністю 95 % не перевищує 0,001 моль/дм^3 . Експериментальний СКВ результатів такого вимірювання становить 0,0004 моль/дм^3 за кількості ступенів свободи 19.

5.8.2 Характеристики відтворюваності

Різниця між результатами вимірювання, розрахованими як середнє арифметичне значення результатів двох послідовних визначень молярної концентрації розчину амонію роданіду з номінальним значенням 0,1 моль/дм^3 , отриманими різними виконавцями в різних лабораторіях, із ймовірністю 95 % не перевищує 0,0013 моль/дм^3 . Експериментальний СКВ результатів такого вимірювання становить 0,0005 моль/дм^3 за кількості ступенів свободи 15.

6 ГОТУВАННЯ ТИТРОВАНОГО РОЗЧИНУ КАЛІЮ РОДАНІДУ ТА ВИЗНАЧАННЯ ЙОГО МОЛЯРНОЇ КОНЦЕНТРАЦІЇ

6.1 Правила готування титрованого розчину калію роданіду та визначення його молярної концентрації

Готують титрований розчин і визначають його молярну концентрацію, дотримуючись правил, наведених у 5.1 ДСТУ 7259.

6.2 Засоби вимірювання, допоміжні пристрої, реактиви та матеріали

Для готування титрованого розчину калію роданіду та визначення його молярної концентрації використовують засоби та допоміжні пристрої відповідно до 5.2. Замість амонію роданіду використовують калію роданід згідно з ГОСТ 4139.

6.3 Методика готування титрованого розчину калію роданіду

У стакан вміщують 9,7 г калію роданіду та 100 см³ води. Розчин перемішують до повного розчинення калію роданіду і фільтрують крізь паперовий фільтр. Прозорий фільтрат переносять у мірну колбу і доводять об'єм розчину до позначки дистильованою водою.

6.4 Методика визначення молярної концентрації розчину калію роданіду

Визначають молярну концентрацію згідно з 5.4. Замість розчину амонію роданіду під час титрування використовують розчин калію роданіду.

6.5 Правила опрацювання результатів випробування

Молярну концентрацію розчину калію роданіду c_{KSCN} у молях на кубічний дециметр обчислюють за формулою (2):

$$c_{\text{KSCN}} = \frac{V_{\text{AgNO}_3} \cdot c_{\text{AgNO}_3}}{V_{\text{KSCN}}}, \quad (2)$$

де V_{AgNO_3} — об'єм розчину срібла азотнокислого, використаного під час титрування, см³;
 c_{AgNO_3} — молярна концентрація розчину срібла азотнокислого, моль/дм³;
 V_{KSCN} — об'єм використаного розчину калію роданіду, см³.

6.6 Правила оформлення результатів випробування

Результати випробування оформлюють згідно з ДСТУ ISO/IEC 17025 і записують із точністю до 0,0001 моль/дм³.

Характеристики похибки результату визначення молярної концентрації калію роданіду (збіжності та відтворюваності) нормують у методиках виконання вимірювання (далі — МВВ), атестованих в установленому порядку.

6.7 Правила зберігання та використання титрованого розчину

Зберігають і використовують титрований розчин калію роданіду, дотримуючись правил, наведених у 5.7.

7 ГОТУВАННЯ ТИТРОВАНОГО РОЗЧИНУ СРІБЛА АЗОТНОКИСЛОГО ТА ВИЗНАЧАННЯ ЙОГО МОЛЯРНОЇ КОНЦЕНТРАЦІЇ

7.1 Правила готування титрованого розчину срібла азотнокислого та визначення його молярної концентрації

Готують титрований розчин і визначають його молярну концентрацію, дотримуючись правил, наведених у 5.1 ДСТУ 7259.

7.2 Засоби вимірювання, допоміжні пристрої, реактиви та матеріали

Для готування титрованого розчину та визначення його молярної концентрації використовують такі засоби вимірювання, допоміжні пристрої, реактиви та матеріали:

- шафу сушильну будь-якого типу, здатну підтримувати температуру (105 ± 5) °С та температуру (180 ± 20) °С;
- ваги лабораторні класу точності не нижче ніж середній — згідно з ДСТУ EN 45501;
- іонімір будь-якого типу з електродною системою, придатною для потенціометричного титрування хлоридів розчином срібла азотнокислого;
- бюретку місткістю 50 см³ — згідно з ГОСТ 29252 (ИСО 385-2);
- термометр із ціною поділки 0,1 °С — згідно з ГОСТ 28498, для вимірювання температури від 0 °С до 50 °С;
- стакани будь-якого типу та виконання, місткістю 150 см³ та 200 см³ — згідно з ГОСТ 25336;

- колбу 2—1000—1 — згідно з ГОСТ 1770;
- тигель порцеляновий — згідно з ГОСТ 9147;
- ексикатор будь-якого виконання — згідно з ГОСТ 25336;
- воду для застосування в лабораторіях, будь-якого класу — згідно з ДСТУ ISO 3696;
- силікагель — згідно з ГОСТ 3956, прожарений за температури (180 ± 20) °С і охолоджений в ексикаторі;
- сірчану кислоту — згідно з ГОСТ 4204;
- водний розчин з масовою часткою сірчаної кислоти 10 %;
- натрію хлорид — згідно з ГОСТ 4233;
- срібло азотнокисле — згідно з ГОСТ 1277.

7.3 Методика готування титрованого розчину срібла азотнокислого

У стакан місткістю 200 см³ вміщують 7,8 г срібла азотнокислого та 100 см³ води. Розчин перемішують до повного розчинення срібла азотнокислого. Переносять розчин у мірну колбу і доводять об'єм розчину до позначки дистильованою водою.

7.4 Методика визначення молярної концентрації розчину срібла азотнокислого

У порцеляновий тигель вміщують 0,2 г натрію хлориду та висушують його в сушильній шафі за температури (105 ± 5) °С упродовж 2 год. Охолоджують тигель в ексикаторі з силікагелем. У стакан місткістю 150 см³ вміщують 0,1300 г натрію хлориду та розчиняють у 50 см³ води. Ретельно перемішуючи вміст стакана, додають 5 см³ розчину сірчаної кислоти.

Приготований розчин натрію хлориду потенціометрично титрують розчином срібла азотнокислого з використанням іонміра. Якщо іонмір не оснащено програмою, яка автоматично реалізує метод динамічного титрування, поблизу точки еквівалентності розчин срібла азотнокислого додають порціями по 0,1 см³. Записують значення потенціалу електродної системи E у мілівольтах після додавання кожної порції титранту.

7.5 Правила опрацювання результатів випробування

7.5.1 Об'єм розчину срібла азотнокислого, використаного на титрування V у кубічних сантиметрах обчислюють за формулою (3):

$$V = V_0 + \frac{\Delta V \cdot \Delta E^+}{\Delta E^+ - \Delta E^-}; \quad (3)$$

- де V_0 — об'єм розчину срібла азотнокислого, використаного під час титрування на момент, коли спостерігали останню позитивну різницю між двома послідовними значеннями різниць потенціалів електродної системи, см³;
- ΔE^+ — остання позитивна різниця між двома послідовними значеннями різниць потенціалів електродної системи, мВ;
- ΔE^- — перша від'ємна різниця між двома послідовними значеннями різниць потенціалів електродної системи, мВ;
- ΔV — об'єм порції розчину срібла азотнокислого, доданого під час титрування поблизу точки еквівалентності, см³.

Примітка 1. Приклад розрахунку об'єму срібла азотнокислого, використаного під час титрування, наведено в додатку Б.

7.5.2 Молярну концентрацію розчину срібла азотнокислого c_{AgNO_3} у молях на кубічний дециметр обчислюють за формулою (4):

$$c_{\text{AgNO}_3} = \frac{m_{\text{NaCl}} \cdot 17,1116}{V}, \quad (4)$$

- де m_{NaCl} — маса натрію хлориду, г;
- 17,1116 — величина співвідношення між кількістю кубічних сантиметрів в 1 дм³ та кількістю грамів, що відповідають 1 молю натрію хлориду під час титрування, см³·моль/(дм³·г).

7.6 Правила оформлення результатів випробування

Результати випробування оформлюють згідно з ДСТУ ISO/IEC 17025 і записують із точністю до 0,0001 моль/дм³.

Характеристики похибки результату визначення молярної концентрації срібла азотнокислого нормують у МВВ, атестованих в установленому порядку.

7.7 Правила зберігання та використання титрованого розчину

Зберігають і використовують титрований розчин срібла азотнокислого, дотримуючись правил згідно з 5.7.

Розчин срібла азотнокислого зберігають у пляшці з темного скла, закритій скляною пробкою, у прохолодному місці.

Молярну концентрацію розчину срібла азотнокислого визначають щомісяця.

Примітка 2. У додатку Г наведено як довідковий метод готування розчину срібла азотнокислого без застосування потенціометричного методу

8 ГОТУВАННЯ ТА ВИЗНАЧАННЯ МОЛЯРНОЇ КОНЦЕНТРАЦІЇ ТИТРОВАНОГО РОЗЧИНУ ХЛОРНОЇ КИСЛОТИ В ОЦТОВІЙ КИСЛОТІ

8.1 Правила готування титрованого розчину хлорної кислоти в оцтовій кислоті та визначення його молярної концентрації

Готують титрований розчин і визначають його молярну концентрацію згідно з 5.1 ДСТУ 7259.

8.2 Засоби вимірювання, допоміжні пристрої, реактиви та матеріали

Для готування титрованого розчину та визначення його молярної концентрації використовують такі засоби вимірювання, допоміжні пристрої, реактиви та матеріали:

- прилад будь-якого типу для визначення масової частки води за методом Карла Фішера, реактиви та допоміжні матеріали, потрібні для такого визначення;
- шафу сушильну будь-якого типу, здатну підтримувати температуру (120 ± 5) °C та (180 ± 20) °C;
- ваги лабораторні класу точності не нижче ніж середній — згідно з ДСТУ EN 45501;
- бюретку місткістю 50 см³ — згідно з ГОСТ 29252 (ИСО 385-2);
- термометр із ціною поділки 0,1 °C — згідно з ГОСТ 28498, для вимірювання температури від 0 °C до 50 °C;
- стаканчик для зважування СВ-24/10 — згідно з ГОСТ 25336;
- колби Кн-1—250—29/32 — згідно з ГОСТ 25336;
- колбу 2—1000—1 — згідно з ГОСТ 1770;
- ексикатор будь-якого виконання — згідно з ГОСТ 25336;
- силікагель — згідно з ГОСТ 3956, прожарений за температури (180 ± 20) °C і охолоджений в ексикаторі;
- натрію гідроксид — згідно з ГОСТ 4328;
- водний розчин натрію гідроксиду з молярною концентрацією 10 моль/дм³;
- оцтову кислоту — згідно з ГОСТ 19814, із масовою часткою не менше ніж 99,5 %;
- хлорну кислоту — згідно з чинним нормативним документом, із масовою часткою не менше ніж 69,7 %;
- піридин — згідно з ГОСТ 13647;
- ангідрид оцтовий з густиною 1,08 г/см³ і масовою часткою 100 % — згідно з ГОСТ 5815;
- калію гідрофталат — згідно з чинним нормативним документом, очищений відповідно до додатка В;
- індикатор кристалічний фіолетовий — згідно з чинним нормативним документом;
- індикатор метиловий помаранчевий — згідно з чинним нормативним документом;

- розчин індикатору кристалічного фіолетового, приготований розчиненням 10 г індикатору в 1 дм³ оцтової кислоти;
- водний розчин з масовою часткою індикатору метилового помаранчевого 0,1 %.

Примітка 3. Для визначення масової частки основної речовини в хлорній кислоті вимірюють її густину згідно з ДСТУ 7261. Дозволено також визначати масову частку хлорної кислоти в розчині методом титрування. Для цього 2 см³ розчину хлорної кислоти титрують розчином натрію гідроксиду молярною концентрацією 10 моль/дм³ з індикатором метиловим помаранчевим. Визначають масову частку хлорної кислоти згідно з додатком Д.

8.3 Методика готування титрованого розчину хлорної кислоти в оцтовій кислоті

8.3.1 У мірну колбу вміщують 500 см³ оцтової кислоти, додають 8,5 см³ хлорної кислоти та ретельно перемішують розчин. Об'єм розчину в мірній колбі доводять до позначки, додаючи оцтову кислоту.

8.3.2 У комірку приладу для визначення води за методом Карла Фішера вміщують 25 см³ піридину та 25 см³ розчину хлорної кислоти в оцтовій кислоті та визначають масову частку води у розчині хлорної кислоти в оцтовій кислоті, користуючись експлуатаційною документацією на прилад. Обов'язково виконують контрольний дослід для визначення масової частки води в піридині.

8.3.3 Воду, яка міститься в розчині хлорної кислоти в оцтовій кислоті, зв'язують за допомогою оцтового ангідриду. Масова частка води після додавання оцтового ангідриду не повинна перевищувати (0,035 ± 0,015) %. Об'єм оцтового ангідриду $V_{\text{анг}}$ у кубічних сантиметрах, потрібного для зв'язування води в 1 дм³ розчину, обчислюють за формулою (5):

$$V_{\text{анг}} = 52,5 \cdot \omega_{\text{вод}}, \quad (5)$$

де 52,5 — об'єм оцтового ангідриду, потрібного для зв'язування води, масова частка якої становить 1 %, см³ · %⁻¹;

$\omega_{\text{вод}}$ — масова частка води в розчині хлорної кислоти в оцтовій кислоті, %.

Примітка 4. Якщо масова частка хлорної кислоти у вихідному препараті менше ніж 69,7 % та/або якщо густина оцтового ангідриду інша ніж (1,080 ± 0,001) г/см³, об'єм оцтового ангідриду, потрібного для зв'язування води в розчині хлорної кислоти в оцтовій кислоті, обчислюють за формулою (6):

$$V_{\text{анг}} = \frac{0,057 \cdot (100 - \omega_{\text{HClO}_4}^1) \cdot V_{\text{HClO}_4} \cdot \rho_{\text{HClO}_4}}{\rho_{\text{анг}}}, \quad (6)$$

- де 0,057 — сота частина величини співвідношення мольних мас оцтового ангідриду та води;
 100 — сумарна масова частка всіх компонентів вихідного препарату хлорної кислоти, %;
 $\omega_{\text{HClO}_4}^1$ — масова частка хлорної кислоти у вихідному препараті, %;
 V_{HClO_4} — об'єм вихідного препарату хлорної кислоти, використаного для готування титрованого розчину, см³;
 ρ_{HClO_4} — густина вихідного препарату хлорної кислоти, г/см³;
 $\rho_{\text{анг}}$ — густина оцтового ангідриду, г/см³.

8.3.4 Потрібний об'єм оцтового ангідриду, обчислений за формулами (5) або (6), малими порціями за умови постійного перемішування додають до розчину хлорної кислоти в оцтовій кислоті. Розчин охолоджують до температури (20 ± 5) °С. Визначають масову частку води в розчині.

8.3.5 Якщо масова частка води в розчині хлорної кислоти в оцтовій кислоті перевищує 0,05 %, повторно додають ангідрид. Якщо це значення менше ніж 0,02 %, до розчину додають воду в такій кількості, щоб масова частка води в розчині становила (0,035 ± 0,015) %.

8.4 Методика визначення молярної концентрації розчину хлорної кислоти в оцтовій кислоті

У порцеляновій ступі розтирають 1 г калію гідрофталату так, щоб розміри частинок становили не більше ніж 0,1 мм.

Вміщують калію гідрофталат у стаканчик для зважування та висушують у сушильній шафі за температури (120 ± 5) °С упродовж 3 год. Стаканчик закривають кришкою та охолоджують до температури (20 ± 3) °С в ексікаторі, заповненому силікагелем.

У конічну колбу вміщують (0,7 ± 0,1) г гідрофталату калію та розчиняють у 50 см³ оцтової кислоти. Додають 2 см³ розчину індикатору кристалічного фіолетового. Титрують калію гідрофталат розчином хлорної кислоти в оцтовій кислоті до зміни фіолетового забарвлення розчину на зелене. Виконують контрольний дослід, використовуючи 50 см³ оцтової кислоти. Записують значення об'єму реактивів, використаних під час титрування.

8.5 Правила опрацювання результатів випробування

Молярну концентрацію розчину хлорної кислоти в оцтовій кислоті c_{HClO_4} , у молях на кубічний дециметр обчислюють за формулою (7):

$$c_{\text{HClO}_4} = \frac{4,8964 \cdot m_{\text{КНР}}}{(V_{\text{HClO}_4} - V_{\text{HClO}_4}^0)} \quad (7)$$

де $m_{\text{КНР}}$ — маса гідрофталату калію, г;
 V_{HClO_4} — об'єм розчину хлорної кислоти в оцтовій кислоті, використаного під час титрування гідрофталату калію, см³;
 $V_{\text{HClO}_4}^0$ — об'єм розчину хлорної кислоти в оцтовій кислоті, використаного у холостому досліді, см³;
 4,8964 — величина співвідношення між кількістю кубічних сантиметрів в 1 дм³ та кількістю грамів, що відповідають 1 молю калію гідрофталату, см³ · моль/(дм³ · г).

8.6 Правила оформлення результатів випробування

Результати випробування оформлюють згідно з ДСТУ ISO/IEC 17025 і записують із точністю до 0,0001 моль/дм³.

8.7 Правила зберігання титрованого розчину

8.7.1 Розчин зберігають у скляній пляшці, закритій пробкою із захисною трубкою, заповненою силікагелем.

8.7.2 Молярну концентрацію розчину визначають щомісяця.

8.8 Збіжність і відтворюваність результатів випробування

8.8.1 Характеристики збіжності

Різниця між результатами вимірювання молярної концентрації розчину хлорної кислоти в оцтовій кислоті з номінальним значенням 0,1 моль/дм³, отриманими одним виконавцем у тій самій лабораторії в один день, із ймовірністю 95 % не перевищує 0,0002 моль/дм³. Експериментальний СКВ результатів такого вимірювання становить 0,0001 моль/дм³ за кількості ступенів свободи 34.

Різниця між результатами вимірювання, розрахованими як середнє арифметичне значення результатів двох послідовних визначень молярної концентрації розчину хлорної кислоти в оцтовій кислоті з номінальним значенням 0,1 моль/дм³, отриманими одним виконавцем у тій самій лабораторії в різні дні, із ймовірністю 95 % не перевищує 0,0002 моль/дм³. Експериментальний СКВ результатів такого вимірювання становить 0,0001 моль/дм³ за кількості ступенів свободи 17.

8.8.2 Характеристики відтворюваності

Різниця між результатами вимірювання, розрахованими як середнє арифметичне значення результатів двох послідовних визначень молярної концентрації розчину хлорної кислоти в оцтовій кислоті з номінальним значенням 0,1 моль/дм³, отриманими різними виконавцями в різних лабораторіях, із ймовірністю 95 % не перевищує 0,0005 моль/дм³. Експериментальний СКВ результатів такого вимірювання становить 0,0002 моль/дм³ за кількості ступенів свободи 16.

ДОДАТОК А
(обов'язковий)

РОЗРАХОВУВАННЯ ТЕМПЕРАТУРНИХ ПОПРАВОК ДО ЗНАЧЕНЬ МОЛЯРНОЇ КОНЦЕНТРАЦІЇ КОМПОНЕНТІВ ТИТРОВАНИХ РОЗЧИНІВ

А.1 Якщо титрований розчин використовують за температури іншої, ніж температура, за якої визначали молярну концентрацію компонента титрованого розчину, до значення цієї молярної концентрації вносять поправку.

Значення поправкових коефіцієнтів F , які враховують термічне розширення розчину, наведено в таблиці А.1.

Таблиця А.1 — Значення поправкових коефіцієнтів, які враховують термічне розширення розчину

| Молярна концентрація компонента розчину, моль/дм ³ | Поправковий коефіцієнт, моль/(дм ³ ·°C) | Компонент розчину, для якого визначено поправковий коефіцієнт |
|---|--|---|
| 0,1 | 0,00002 | Амонію роданід, калію роданід, срібло азотнокисле |
| 0,1 | 0,00011 | Хлорна кислота |

А.2 Виправлені молярні концентрації компонентів титрованих розчинів обчислюють за формулою (А.1):

$$c_{t2} = c_{t1} + (t_1 - t_2) \cdot F, \quad (A.1)$$

де c_{t2} — молярна концентрація компонента титрованого розчину за температури його використання, моль/дм³;

c_{t1} — молярна концентрація компонента титрованого розчину за температури її визначення, моль/дм³;

t_1 — температура, за якої визначали молярну концентрацію компонента титрованого розчину, °C;

t_2 — температура, за якої використовують титрований розчин, °C;

F — поправковий коефіцієнт, який враховує термічне розширення розчину, моль/(дм³ · °C).

ДОДАТОК Б
(довідковий)

**ПРИКЛАД РОЗРАХУНКУ ОБ'ЄМУ РОЗЧИНУ СРІБЛА
АЗОТНОКИСЛОГО, ВИТРАЧЕНОГО ПІД ЧАС
ПОТЕНЦІОМЕТРИЧНОГО ТИТРУВАННЯ НАТРІЮ ХЛОРИДУ**

Таблиця Б.1

| Об'єм розчину срібла азотнокислого, см ³ | Потенціал електродної системи E, мВ | Різниця між двома послідовними значеннями потенціалів електродної системи, мВ | Різниця між двома послідовними значеннями різниць потенціалів електродної системи, мВ |
|---|-------------------------------------|---|---|
| 16,3 | 245 | | |
| | | 13 | |
| 16,4 | 258 | | 7 |
| | | 20 | |
| 16,5 | 278 | | 38 |
| | | 58 | |
| 16,6 | 336 | | - 23 |
| | | 35 | |
| 16,7 | 371 | | |

Відповідно до формули (3) отримуємо:

$$V = 16,5 + \frac{0,1 \cdot 38}{38 - (-23)} = 16,56 \text{ см}^3.$$

ДОДАТОК В
(обов'язковий)

МЕТОДИКА ОЧИЩЕННЯ КАЛІЮ ГІДРОФТАЛАТУ

В.1 Засоби та умови очищення калію гідрофталату

Для очищення калію гідрофталату використовують такі засоби вимірювання, допоміжні пристрої, реактиви та матеріали:

- шафу сушильну будь-якого типу, здатну підтримувати температуру $(120 \pm 5) ^\circ\text{C}$ та $(180 \pm 20) ^\circ\text{C}$;
- ваги лабораторні класу точності не нижче ніж середній — згідно з ДСТУ EN 45501;
- баню водяну будь-якого типу;
- термометр із ціною поділки $0,1 ^\circ\text{C}$ — згідно з ГОСТ 28498, для вимірювання температури від $0 ^\circ\text{C}$ до $50 ^\circ\text{C}$;
- термометр із ціною поділки $0,1 ^\circ\text{C}$ — згідно з ГОСТ 28498, для вимірювання температури від $50 ^\circ\text{C}$ до $100 ^\circ\text{C}$;
- ексикатор будь-якого виконання — згідно з ГОСТ 25336;
- стакани, виготовлені з термостійкого скла, будь-якого типу — згідно з ГОСТ 25336;
- лійку типу ВФ класу ПОР 100 будь-якого виконання — згідно з ГОСТ 25336;
- лійку Бюхнера — згідно з ГОСТ 9147;
- колбу з тубусом будь-якого виконання — згідно з ГОСТ 25336;
- насос водоструменевий — згідно з ГОСТ 25336;
- калію гідрофталат — згідно з чинним нормативним документом;
- воду для застосування в лабораторіях, класу 1 або 2 — згідно з ДСТУ ISO 3696;
- калій вуглекислий, х. ч. або ч. д. а. — згідно з ГОСТ 4221;
- силікагель — згідно з ГОСТ 3956, прожарений за температури $(180 \pm 20) ^\circ\text{C}$ і охолоджений в ексикаторі;
- папір фільтрувальний лабораторний марки ФБ або ФС — згідно з ГОСТ 12026.

Умови навколишнього середовища мають відповідати наведеному у 5.1 ДСТУ 7259.

Примітка В.1. Місткість посуду визначають залежно від об'єму реактиву, який очищують.

Примітка В.2. Вільну від газів воду готують згідно з додатком Б ДСТУ 7259.

Примітка В.3. Розчини індикаторів готують згідно з ГОСТ 4919.1. Допоміжні реактиви та розчини готують згідно з ГОСТ 4517.

В.2 Методика очищення калію гідрофталату

В.2.1 У стакан вміщують калію гідрофталат та розчиняють його у воді для застосування в лабораторіях, за температури $(80 \pm 5) ^\circ\text{C}$. Співвідношення калію гідрофталату і води має становити $300 \text{ г} : 1000 \text{ см}^3$. До розчину додають від $0,1 \text{ г}$ до $0,2 \text{ г}$ калію карбонату (K_2CO_3) на кожні 300 г калію гідрофталату.

В.2.2 Гарячий розчин фільтрують за допомогою лійки типу ВФ або крізь паперовий фільтр «синя стрічка» за допомогою лійки Бюхнера. Перед початком фільтрування фільтр промивають водою для застосування в лабораторіях, нагрітою до температури $(80 \pm 5) ^\circ\text{C}$. Використовують водоструменевий насос. Фільтрат збирають у колбу з тубусом.

В.2.3 Розчин переносять у стакан. Залишки кристалів у колбі з тубусом змивають водою для застосування в лабораторіях. Використовують від 40 см^3 до 50 см^3 води. На водяній бані за температури $(80 \pm 5) ^\circ\text{C}$ упарюють розчин до $1/3$ від його вихідного об'єму. Охолоджують випарений розчин до температури $(20 \pm 5) ^\circ\text{C}$.

В.2.4 Кристали калію гідрофталату, що випали після охолодження розчину, відфільтровують за допомогою лійки типу ВФ. Перед фільтруванням фільтр промивають водою для застосування в лабораторіях за температури $(20 \pm 5) ^\circ\text{C}$. Фільтрат збирають у колбу з тубусом.

В.2.5 Кристали калію гідрофталату збирають зі скляного фільтра (не дозволено шкрябати шпателем або скляною паличкою по дну фільтра). Переносять кристали у стакан і повторюють процедуру згідно з В.2.1—В.2.4.

В.2.6 Кристали у стакані висушують у сушильній шафі за температури $(110 \pm 5)^\circ\text{C}$ упродовж 3 год.

В.2.7 Стакан із кристалами калію гідрофталату охолоджують до температури $(20 \pm 5)^\circ\text{C}$ в ексикаторі, заповненому силікагелем. За допомогою лабораторних ваг зважують стакан із кристалами з точністю до 0,00075 г.

В.2.8 Повторюють висушування згідно з В.2.6 упродовж 1 год. Охолоджують і зважують стакан із кристалами калію гідрофталату згідно з В.2.7. Висушування повторюють доти, доки різниця між результатами зважувань до висушування і після нього не становитиме 0,00075 г або менше.

В.2.9 Висушені кристали калію гідрофталату пересипають у банку, яку герметично закорковують. Банку зберігають над силікагелем в ексикаторі. Висушену речовину можна зберігати без зміни кваліфікації чистоти упродовж двох років.

ДОДАТОК Г
(довідковий)

**ГОТУВАННЯ ТА ВИЗНАЧАННЯ МОЛЯРНОЇ КОНЦЕНТРАЦІЇ
ТИТРОВАНОГО РОЗЧИНУ СРІБЛА АЗОТНОКИСЛОГО**

Додаток містить довідкові відомості, наведені у стандарті ASTM E 200 [1].

Г.1 Засоби вимірювання, допоміжні пристрої, реактиви та матеріали

Для готування титрованого розчину та визначення його молярної концентрації використовують такі засоби вимірювання, допоміжні пристрої, реактиви та матеріали:

- шафу сушильну будь-якого типу, здатну підтримувати температуру $(105 \pm 5)^\circ\text{C}$ та $(180 \pm 20)^\circ\text{C}$;
- ваги лабораторні з абсолютною похибкою вимірювання маси не більше ніж 0,002 г;
- конічні колби місткістю 250 см³ та 100 см³;
- мірні колби місткістю 1 дм³;
- тигель порцеляновий;
- бюретку місткістю 50 см³;
- піпетку місткістю 2 см³;
- ексикатор будь-якого типу;
- силікагель, прожарений за температури $(180 \pm 20)^\circ\text{C}$ і охолоджений в ексикаторі;
- воду дистильовану;
- азотну кислоту;
- водний розчин з масовою часткою амоній залізо (III) сульфату 80 г/дм³;
- нітробензол;
- срібло азотнокисле.

Використовують мірний посуд згідно з ASTM E 694 [2], реактиви згідно з [3], дистильовану воду згідно з ASTM D 1193 [4].

Г.2 Методика готування титрованого розчину срібла азотнокислого

У порцеляновий тигель вміщують 17,5 г срібла азотнокислого та висушують його в сушильній шафі за температури $(105 \pm 5)^\circ\text{C}$ упродовж 1 год. Охолоджують тигель в ексикаторі з силікагелем. Зважують 16,99 г висушеного та охолодженого срібла азотнокислого. Переносять наважку в мірну колбу. Додають 500 см³ дистильованої води, розчиняють срібло азотнокисле та доводять об'єм розчину в колбі до позначки дистильованою водою.

Г.3 Методика визначення молярної концентрації розчину срібла азотнокислого

Г.3.1 У порцеляновий тигель вміщують 0,3 г натрію хлориду та висушують його в сушильній шафі за температури (105 ± 5) °С упродовж 1 год. Охолоджують тигель в ексікаторі над силікагелем.

Г.3.2 Точно зважують $(0,28 \pm 0,01)$ г висушеного натрію хлориду та переносять його в конічну колбу місткістю 250 см³. Наливають у колбу 25 см³ дистильованої води та 2 см³ азотної кислоти. За допомогою бюретки додають у колбу точно відміряні 50 см³ розчину срібла азотнокислого. Суміш у колбі ретельно перемішують.

У колбу вміщують 1 см³ водного розчину амоній залізо (III) сульфату і 5 см³ нітробензолу. Колбу закривають скляною пробкою та ретельно перемішують до повної коагуляції осаду, що випадає. Відкривають колбу, обмивають пробку 5 см³ дистильованої води.

Титрують надлишок срібла азотнокислого розчином амонію роданіду з концентрацією 0,1 моль/дм³, постійно перемішуючи, до появи коричнево-червоного забарвлення над осадом, яке не зникає протягом 1 хв.

Записують об'єм розчину амонію роданіду, використаного на титрування, V_1 у кубічних сантиметрах.

Г.3.3 У другу конічну колбу місткістю 250 см³ вміщують точно відміряні 50 см³ розчину срібла азотнокислого. Використовують ту саму бюретку, що й раніше. Наливають у колбу 25 см³ дистильованої води, 2 см³ азотної кислоти та 1 см³ водного розчину амоній залізо (III) сульфату. Колбу закривають скляною пробкою та ретельно перемішують. Відкривають колбу, обмивають пробку 5 см³ дистильованої води.

Титрують срібло азотнокисле розчином амонію роданіду з концентрацією 0,1 моль/дм³, постійно перемішуючи, до появи коричнево-червоного забарвлення над осадом, яке не зникає протягом 1 хв.

Записують об'єм розчину амонію роданіду, використаного на титрування, V_2 у кубічних сантиметрах.

Г.3.4 У третю конічну колбу місткістю 100 см³ вносять за допомогою піпетки точно відміряні 2 см³ розчину срібла азотнокислого. Об'єм цього розчину позначають як V_3 , у кубічних сантиметрах.

Вміщують у колбу 25 см³ дистильованої води, 2 см³ азотної кислоти, 5 см³ нітробензолу та 1 см³ водного розчину амоній залізо (III) сульфату.

Колбу закривають скляною пробкою та ретельно перемішують. Відкривають колбу, обмивають пробку 5 см³ дистильованої води.

Титрують срібло азотнокисле розчином амонію роданіду з концентрацією 0,1 моль/дм³, постійно перемішуючи, до появи коричнево-червоного забарвлення над осадом, яке не зникає протягом 1 хв.

Записують об'єм розчину амонію роданіду, використаного на титрування, V_4 у кубічних сантиметрах.

Г.3.5 Під час випробовування згідно з Г.3.2—Г.3.4 використовують той самий розчин амонію роданіду і той самий нітробензол.

Г.3.6 Молярну концентрацію розчину срібла азотнокислого c_{AgNO_3} у молях на кубічний дециметр обчислюють за формулою (Г.1):

$$c_{\text{AgNO}_3} = \frac{17,1116 \cdot m_{\text{NaCl}}}{\left(50 - V_1 \cdot \frac{50}{V_2}\right) - \left(V_3 - V_4 \cdot \frac{50}{V_2}\right)}, \quad (\text{Г.1})$$

де 17,1116 — величина співвідношення між кількістю кубічних сантиметрів в 1 дм³ та кількістю грамів, що відповідають 1 молю натрію хлориду, см³ · моль/(дм³ · г);

m_{NaCl} — маса натрію хлориду, г;

50 — об'єм розчину срібла азотнокислого, використаного під час випробовування, см³.

Результат випробування записують із точністю до 0,0001 моль/дм³.

Г.4 Збіжність і відтворюваність результатів випробування**Г.4.1 Характеристики збіжності**

Різниця між результатами вимірювання молярної концентрації 0,1 моль/дм³ розчину срібла азотнокислого, отриманими одним виконавцем у тій самій лабораторії в один день, із ймовірністю 95 % не перевищує 0,0003 моль/дм³. Експериментальний СКВ результатів такого вимірювання становить 0,0001 моль/дм³ за кількості ступенів свободи 34.

Різниця між результатами вимірювання молярної концентрації 0,1 моль/дм³ розчину срібла азотнокислого, отриманими одним виконавцем у тій самій лабораторії в різні дні, розрахованими як середнє арифметичне значення двох послідовних вимірювань, із ймовірністю 95 % не перевищує 0,0005 моль/дм³. Експериментальний СКВ результатів такого вимірювання становить 0,0002 моль/дм³ за кількості ступенів свободи 17.

Г.4.2 Характеристики відтворюваності

Різниця між результатами вимірювання молярної концентрації 0,1 моль/дм³ розчину срібла азотнокислого, отриманими різними виконавцями в різних лабораторіях, розрахованими як середнє арифметичне значення двох послідовних вимірювань, із ймовірністю 95 % не перевищує 0,001 моль/дм³. Експериментальний СКВ результатів такого вимірювання становить 0,0004 моль/дм³ за кількості ступенів свободи 16.

ДОДАТОК Д
(довідковий)

ГУСТИНА ВОДНИХ РОЗЧИНІВ ХЛОРНОЇ КИСЛОТИ

Таблиця Д.1 — Густина водних розчинів хлорної кислоти різних її концентрацій за температури 20 °С

| Масова частка хлорної кислоти, % | Молярна концентрація хлорної кислоти, моль/дм ³ | Густина, г/см ³ |
|----------------------------------|--|----------------------------|
| 1 | 0,1000 | 1,005 |
| 3,61 | 0,3665 | 1,02 |
| 6,88 | 0,7122 | 1,04 |
| 10,06 | 1,0615 | 1,06 |
| 13,08 | 1,4062 | 1,08 |
| 16 | 1,7519 | 1,1 |
| 18,88 | 2,1049 | 1,12 |
| 21,64 | 2,4557 | 1,14 |
| 24,3 | 2,8059 | 1,16 |
| 26,82 | 3,1503 | 1,18 |
| 29,26 | 3,4951 | 1,2 |
| 31,61 | 3,8388 | 1,22 |
| 33,85 | 4,1782 | 1,24 |
| 36,03 | 4,5190 | 1,26 |
| 38,1 | 4,8545 | 1,28 |
| 40,1 | 5,1891 | 1,3 |
| 42,02 | 5,5212 | 1,32 |
| 43,89 | 5,8543 | 1,34 |
| 45,71 | 6,1881 | 1,36 |
| 47,49 | 6,5236 | 1,38 |

Кінець таблиці Д.1

| Масова частка хлорної кислоти, % | Молярна концентрація хлорної кислоти, моль/дм ³ | Густина, г/см ³ |
|----------------------------------|--|----------------------------|
| 49,23 | 6,8606 | 1,4 |
| 50,9 | 7,1947 | 1,42 |
| 52,51 | 7,5268 | 1,44 |
| 54,03 | 7,8523 | 1,46 |
| 55,55 | 8,1838 | 1,48 |
| 57,06 | 8,5198 | 1,5 |
| 58,54 | 8,8573 | 1,52 |
| 60,04 | 9,2038 | 1,54 |
| 61,52 | 9,5532 | 1,56 |
| 63 | 9,9084 | 1,58 |
| 64,5 | 10,2727 | 1,6 |
| 66,01 | 10,6447 | 1,62 |
| 66,76 | 10,8321 | 1,63 |
| 67,51 | 11,0209 | 1,64 |
| 68,26 | 11,2113 | 1,65 |
| 69,02 | 11,4049 | 1,66 |
| 69,77 | 11,5982 | 1,67 |
| 70,15 | 11,6963 | 1,675 |

ДОДАТОК Е
(довідковий)

БІБЛІОГРАФІЯ

1 ASTM E 200–97 Standard Practice for Preparation, Standardization, and Storage of Standard and Reagent Solution for Chemical Analysis (Стандартний порядок готування, встановлення молярної концентрації та зберігання стандартних і робочих розчинів, які використовують для хімічного аналізування).

2 ASTM E 694 Specification for Volumetric Ware (Технічні умови для мірного посуду).

3 Reagent Chemicals, American Chemical Society Specification (Хімічні реактиви. Технічні умови Американського хімічного товариства).

4 ASTM D 1193 Specification for Reagent Water (Технічні вимоги до води, яку використовують як реактив).

5 ТУ 6-09-02-559–2004 Калий гидрофталат для буферных растворов. Технические условия (Калію гідрофталат для буферних розчинів. Технічні умови).

6 ТУ 6-09-2678–77 Бумажные фильтры «синяя лента», обеззоленные (Паперові фільтри «синя стрічка», беззолні).

7 ТУ 6-09-2878–84 Кислота хлорная. Технические условия (Кислота хлорна. Технічні умови).

8 ТУ 6-09-4119–75 Кристаллический фиолетовый квалификации чистый для анализа. Технические условия (Кристалічний фіолетовий кваліфікації чистий для аналізу. Технічні умови).

9 ТУ 6-09-5171–84 Метилоранж (индикатор) (Метилоранж (індикатор)).

10 ТУ 6-09-5359–88 Квасцы железоммонийные. Технические условия (Галуни залізоамонійні. Технічні умови).

Код УКНД 71.040.30

Ключові слова: амонію роданід, калію роданід, хлорна кислота, срібло азотнокисле, титровані розчини, хімічний аналіз.

Редактор **О. Ніколаєнко**
Технічний редактор **О. Касіч**
Коректор **Л. Позняк**
Верстальник **Т. Шишкіна**

Підписано до друку 16.05.2013. Формат 60 × 84 1/8.
Ум. друк. арк. 2,32. Зам. **741** Ціна договірна.

Виконавець
Державне підприємство «Український науково-дослідний і навчальний центр
проблем стандартизації, сертифікації та якості» (ДП «УкрНДНЦ»)
вул. Святошинська, 2, м. Київ, 03115

Свідоцтво про внесення видавця видавничої продукції до Державного реєстру
видавців, виготівників і розповсюджувачів видавничої продукції від 14.01.2006 серія ДК № 1647