ГОСТ 25794.3—83

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

РЕАКТИВЫ

МЕТОДЫ ПРИГОТОВЛЕНИЯ ТИТРОВАННЫХ РАСТВОРОВ ДЛЯ ТИТРОВАНИЯ ОСАЖДЕНИЕМ, НЕВОДНОГО ТИТРОВАНИЯ И ДРУГИХ МЕТОДОВ

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2006

gost.e-ecolog.ru

УДК 543—42:543.24:006.354 Группа Л59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

Реактивы

МЕТОДЫ ПРИГОТОВЛЕНИЯ ТИТРОВАННЫХ РАСТВОРОВ ДЛЯ ТИТРОВАНИЯ ОСАЖДЕНИЕМ, НЕВОДНОГО ТИТРОВАНИЯ И ДРУГИХ МЕТОДОВ

ГОСТ 25794.3—83

Reagents. Methods of preparation of standard volumetric solutions for precipitation titration, non-aqueous titration and other titrimetric methods

МКС 71.040.30
ОКСТУ 2609

Дата введения 01.07.84

Настоящий стандарт распространяется на реактивы и устанавливает методы приготовления следующих титрованных растворов для титрования осаждением, неводного титрования и других методов и методы проверки их молярной концентрации:

аммоний роданистый, раствор молярной концентрации
c (NH_4SCN) = 0,1 моль/дм³ (0,1 н.) или
калий роданистый, раствор молярной концентрации
c ($KSCN$)= 0,1 моль/дм³ (0,1 н.);
серебро азотнокислое, раствор молярной концентрации
c ($AgNO_3$) = 0,1 моль/дм³ (0,1 н.) и c ($AgNO_3$) = 0,05 моль/дм³ (0,05 н.);
кислота хлорная, уксуснокислый раствор молярной концентрации
c ($HClO_4$) = 0,1 моль/дм³ (0,1 н.);
калия гидроокись, спиртовой раствор молярной концентрации
c (KOH) = 0,5 моль/дм³ (0,5 н.);
калия метилат, раствор молярной концентрации
c (CH_3OK) = 0,1 моль/дм³ (0,1 н.);
ртуть (I) азотнокислая, растворы молярных концентраций:
c ($^1/_2$ Hg_2 $(NO_3)_2 \cdot 2H_2O$) = 0,1 моль/дм³ (0,1 н.);
c ($^1/_2$ Hg_2 $(NO_3)_2 \cdot 2H_2O$) = 0,05 моль/дм³ (0,05 н.);
ртуть (II) азотнокислая, раствор молярной концентрации
c ($^1/_2$ Hg $(NO_3)_2 \cdot H_2O$) = 0,1 моль/дм³ (0,1 н.);
натрий азотнокислый, растворы молярных концентраций:
c ($NaNO_2$) = 0,5 моль/дм³ (0,5 н.),
c ($NaNO_2$) = 0,1 моль/дм³ (0,1 н.).

1. ОБЩИЕ УКАЗАНИЯ

1.1. Общие указания — по ГОСТ 25794.1.

2. МЕТОДЫ ПРИГОТОВЛЕНИЯ ТИТРОВАННЫХ РАСТВОРОВ

2.1. Аммоний роданистый, раствор молярной концентрации:
c (NH_4SCN) = 0,1 моль/дм³ (0,1 н.) или
калий роданистый, раствор молярной концентрации
c ($KSCN$)= 0,1 моль/дм³ (0,1 н.).
Формула NH_4SCN.
Относительная молекулярная масса — 76,12.
Молярная масса эквивалента — 76,12 г/моль.
Формула $KSCN$.
Относительная молекулярная масса — 97,18.
Молярная масса эквивалента — 97,18 г/моль.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

© Издательство стандартов, 1983
© СТАНДАРТИНФОРМ, 2006
© СТАНДАРТИНФОРМ, 2008

2.1.1 *Реактивы и растворы*

Аммоний роданистый по ГОСТ 27067.

Калий роданистый по ГОСТ 4139, выдержанный при 150 °С до постоянной массы.

Аммоний железо (III) сульфат (1 : 1 : 2) 12-водный (железоаммонийные квасцы по ТУ 6—09—5359), насыщенный раствор.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, раствор с массовой долей 25 %, не содержащий окислов азота.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, раствор молярной концентрации $c(AgNO_3)$ = = 0,1 моль/дм³ (0,1 н.), приготовленный по настоящему стандарту (п. 2.2).

2.1.2. *Приготовление раствора*

7,60—8,00 г роданистого аммония растворяют в воде и доводят объем водой до 1 дм³. Раствор хранят в склянке из темного стекла.

2.1.3. *Определение коэффициента поправки*

30—40 см³ раствора азотнокислого серебра, отмеренного бюреткой, помещают в коническую колбу, прибавляют 10 см³ раствора азотной кислоты, 1 см³ раствора железоаммонийных квасцов и титруют из другой бюретки раствором роданистого аммония, приливая его медленно, небольшими порциями, при постоянном взбалтывании до появления неисчезающей коричневато-красной окраски жидкости над осадком.

2.1.4. *Приготовление раствора точной молярной концентрации*

9,7176 г роданистого калия растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 1 дм³ и доводят объем раствора водой до метки.

2.2. Серебро азотнокислое, раствор молярной концентрации $c(AgNO_3)$ = = 0,1 моль/дм³ (0,1 н.) и $c(AgNO_3)$ = 0,05 моль/дм³ (0,05 н.)

Формула $AgNO_3$.

Относительная молекулярная масса — 169,87.

Молярная масса эквивалента — 169,87 г/моль.

2.2.1. *Аппаратура, реактивы, растворы*

Иономер универсальный ЭВ-74.

Электрод серебряный и хлорсеребряный, или насыщенный каломельный, или стеклянный.

Ключ электролитический (мостик), заполненный насыщенным раствором азотнокислого калия.

Калий азотнокислый по ГОСТ 4217, насыщенный раствор.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277.

Калий хлористый по ГОСТ 4234 или натрий хлористый по ГОСТ 4233, предварительно прокаленные до постоянной массы в муфельной печи при 500—600 °С или стандартный образец натрия хлористого для титрования ГСО I разряда № 4391—88 или ГСО II разряда.

Кислота серная по ГОСТ 4204, раствор с массовой долей 10 %.

Флуоресцеин по ТУ 6—09—2281, раствор в этиловом спирте с массовой долей 0,1 %.

Калий хромовокислый по ГОСТ 4459, насыщенный раствор.

2.2.2. *Приготовление раствора*

17,00 г азотнокислого серебра для раствора концентрации 0,1 моль/дм³ и 8,50 г для раствора концентрации 0,05 моль/дм³ растворяют в 1 дм³ воды. Раствор хранят в склянке из темного стекла длительное время.

2.1—2.2.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

2.2.3. *Определение коэффициента поправки*

2.2.3.1. *Визуальное определение*

Формула KCl	Формула NaCl
Относительная молекулярная масса — 74,55.	Относительная молекулярная масса — 58,44.
Молярная масса эквивалента — 74,55 г/моль.	Молярная масса эквивалента — 58,44 г/моль.

Около 0,2000 г хлористого калия или хлористого натрия для раствора концентрации 0,1 моль/дм³ и около 0,1000 г хлористого калия или хлористого натрия для раствора концентрации 0,05 моль/дм³ помещают в коническую колбу, растворяют в 50 см³ воды, прибавляют 8—10 капель раствора флуоресцеина и титруют в защищенном от света месте раствором азотнокислого серебра до окрашивания осадка в розовый цвет.

Допускается определять коэффициент поправки в присутствии хромовокислого калия в качестве индикатора с изменением желтой окраски раствора в точке эквивалентности на красно-коричневую.

2.2.3.2. *Потенциометрическое определение*

Около 0,1300 г хлористого натрия для раствора концентрации 0,1 моль/дм³ и около 0,1000 г хлористого натрия для раствора концентрации 0,05 моль/дм³ помещают в стакан вместимостью 150 см³, растворяют в 50 см³ воды, добавляют 5 см³ раствора серной кислоты и титруют приготов-

ленным раствором азотнокислого серебра потенциометрически в соответствии с инструкцией к универсальному иономеру.

Вблизи точки эквивалентности в раствор азотнокислого серебра добавляют порциями по 0,1 см³, отмечая потенциал раствора (E, мВ).

Точный объем раствора азотнокислого серебра, израсходованного на титрование (V), в кубических сантиметрах вычисляют по формуле

$$V = V_0 + \frac{\Delta V \cdot \Delta E_р}{\Delta E_р - \Delta E_п}, \quad (1)$$

где V_0 — объем раствора азотнокислого серебра, израсходованный на титрование при последней положительной разности величин ΔE, см³;

$\Delta E_р$ — последнее положительное значение разности величин ΔE, мВ;

$\Delta E_п$ — первое отрицательное значение разности величин ΔE, мВ;

ΔV — объем добавляемой порции раствора азотнокислого серебра, см³.

Коэффициент поправки вычисляют по ГОСТ 25794.1—83, п. 1.8.1.

Пример расчета точного объема азотнокислого серебра, израсходованного на титрование, и коэффициента поправки приведен в приложении.

2.3. Кислота хлорная, уксуснокислый раствор молярной концентрации c ($HClO_4$) = 0,1 моль/дм³ (0,1 н.).

Формула $HClO_4$.

Относительная молекулярная масса — 100,46.

Молярная масса эквивалента — 100,46 г/моль.

2.3.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Иономер универсальный ЭВ-74.

Бюретка 1(7)—2—10 по ГОСТ 29251.

Электроды стеклянный и хлорсеребряный (или насыщенный каломельный).

Ангидрид уксусный по ГОСТ 5815 с предварительно определенной плотностью.

Анилин по ГОСТ 5819, свежеперегнанный, раствор в уксусной кислоте с массовой долей 5 %, годен для применения в течение 15—20 сут при хранении в склянке из темного стекла с пришлифованной пробкой.

Кислота уксусная ледяная по ГОСТ 61, проверенная на соответствие массовой доли основного вещества норме (99,8±0,3) %.

Кислота хлорная по ТУ 6—09—2878, раствор с массовой долей 70 или 30 %; предварительно определяют массовую долю основного вещества или плотность раствора хлорной кислоты. Для определения массовой доли основного вещества 2 г раствора хлорной кислоты с массовой долей 70 % или 5 г раствора хлорной кислоты с массовой долей 30 % титруют раствором гидроокиси натрия в присутствии раствора метилового оранжевого и по таблицам находят соответствующую плотность либо плотность определяют ареометром с погрешностью не более 0,001 г/см³ и по таблицам находят соответствующую массовую долю кислоты.

Калий гидрофталат (калий фталевокислый кислый по ТУ 6—09—09—304), выдержанный при 120 °С в течение 2 ч и проверенный на содержание основного вещества.

Кристаллический фиолетовый (индикатор) по ТУ 6—09—07—1388, раствор в уксусной кислоте с массовой долей 0,5 %.

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

Метиловый фиолетовый (индикатор) по ТУ 6—09—945, раствор в уксусной кислоте с массовой долей 0,2 %.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор концентрации c (NaOH) = 0,5 моль/дм³ (0,5 н.).

Натрий углекислый по ГОСТ 83, предварительно прокаленный при 270—300 °С до постоянной массы, с массовой долей основного вещества (100,0±0,2) %. Условия и контроль полноты прокаливания, а также определение массовой доли основного вещества — по ГОСТ 25794.1.

2.2.3.1—2.3.1. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

2.3.2. *Приготовление раствора*

2.3.2.1. Объем раствора хлорной кислоты, необходимый для приготовления 1 дм³ уксуснокислого раствора хлорной кислоты концентрации c ($HClO_4$) = 0,1 моль/дм³, (V) в кубических сантиметрах вычисляют по формуле

$$V = \frac{10{,}046 \cdot 100}{A\rho}, \quad (2)$$

где A — массовая доля хлорной кислоты в применяемом растворе, %;

ρ — плотность применяемого раствора хлорной кислоты, г/см³;

10,046 — 0,1 молярной массы эквивалента хлорной кислоты.

В связи с тем, что применяемый раствор хлорной кислоты содержит воду и при введении его в ледяную уксусную кислоту попадает некоторое количество воды, мешающее в дальнейшем титрованию, это количество воды следует связать уксусным ангидридом.

2.3.2.2. Необходимый для этого объем уксусного ангидрида (V_1) в кубических сантиметрах вычисляют по формуле

$$V_1 = \frac{(100 - A) \cdot V \cdot \rho \cdot 102{,}09}{100 \cdot 18{,}02\,\rho_1}, \qquad (3)$$

где $(100 - A)$ — массовая доля воды в применяемом растворе хлорной кислоты, %;

A — массовая доля хлорной кислоты в применяемом растворе, %;

V — объем применяемого раствора хлорной кислоты, рассчитанный для приготовления титрованного раствора, $см^3$;

ρ — плотность применяемого раствора хлорной кислоты, $г/см^3$;

ρ_1 — плотность уксусного ангидрида, $г/см^3$;

102,09 — относительная молекулярная масса уксусного ангидрида;

18,02 — относительная молекулярная масса воды.

2.3.2.3. Для приготовления уксуснокислого раствора хлорной кислоты рассчитанный объем применяемого раствора исходной хлорной кислоты (V $см^3$) медленно, при перемешивании, вливают из бюретки в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$ с ледяной уксусной кислотой, прибавляют из бюретки рассчитанный объем уксусного ангидрида (V_1 $см^3$), перемешивают, доводят объем раствора уксусной кислотой до метки и снова перемешивают. Раствор годен для применения 24 ч.

2.3.2.1—2.3.2.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1)**.

2.3.3. При титровании легкоацетилирующихся первичных и вторичных аминов не должно быть избытка уксусного ангидрида в уксуснокислом растворе хлорной кислоты. Массовая доля уксусного ангидрида в уксусной кислоте не должна превышать 0,001 % (п. 2.3.4). В противном случае для связывания воды должен быть добавлен соответственно меньший объем уксусного ангидрида.

2.3.4. *Определение примеси уксусного ангидрида в уксусной кислоте*

50 $см^3$ уксусной кислоты отмеривают цилиндром в сухую коническую колбу вместимостью 100 $см^3$ (с пришлифованной пробкой), добавляют пипеткой 10 $см^3$ раствора анилина, закрывают колбу пробкой, раствор перемешивают и выдерживают в течение 10 мин. Затем добавляют 1 каплю раствора кристаллического фиолетового и титруют из бюретки уксуснокислым раствором хлорной кислоты до перехода окраски раствора в зеленую.

Если при обратном титровании изменение окраски раствора наступает от нескольких капель уксуснокислого раствора хлорной кислоты (что указывает на значительное содержание ангидрида в анализируемой кислоте), следует ввести дополнительное количество анилина и снова выдержать в течение 10 мин.

Одновременно таким же образом титруют введенный объем раствора анилина.

Массовую долю уксусного ангидрида (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V - V_1) \cdot 0{,}01021 \cdot 100}{50 \cdot 1{,}049}, \qquad (4)$$

где V — объем уксуснокислого раствора хлорной кислоты молярной концентрации точно 0,1 моль/$дм^3$, израсходованный на титрование раствора анилина, $см^3$;

V_1 — объем уксуснокислого раствора хлорной кислоты молярной концентрации точно 0,1 моль/$дм^3$, израсходованный на обратное титрование, $см^3$;

0,01021 — масса уксусного ангидрида, соответствующая 1 $см^3$ уксуснокислого раствора хлорной кислоты молярной концентрации точно 0,1 моль/$дм^3$, г;

1,049 — плотность уксусной кислоты, $г/см^3$.

2.3.5. *Определение коэффициента поправки*

Формула Na_2CO_3.

Относительная молекулярная масса — 105,99.

Молярная масса эквивалента — 52,95 г/моль.

0,0800—0,1000 г углекислого натрия помещают в сухую коническую колбу с пришлифованной пробкой, прибавляют 25 $см^3$ уксусной кислоты, перемешивают до растворения, добавляют 1 каплю

раствора кристаллического фиолетового или метилового фиолетового и титруют уксуснокислым раствором хлорной кислоты визуально до перехода окраски раствора в зеленую (цвет раствора при титровании меняется от фиолетового к синему, от синего к зеленому, концом титрования считают переход от сине-зеленого к чисто-зеленому); или потенциометрически со стеклянным и хлорсеребряным (или насыщенным каломельным) электродами.

При этом стеклянный электрод перед определением выдерживают в ледяной уксусной кислоте в течение 1сут.

Допускается определять коэффициент поправки по калию фталевокислому кислому (масса навески для титрования около 0,5000 г).

Если коэффициент поправки устанавливают и раствор применяют при различных температурах, то вводят температурную поправку. Для этого объем раствора хлорной кислоты, израсходованный на титрование анализируемого раствора, в кубических сантиметрах, умножают на $1 - (\Delta t \cdot 0{,}001)$, если титруют при более высокой температуре, или на $1 + (\Delta t \cdot 0{,}001)$, если титруют при более низкой температуре, чем та, при которой устанавливают коэффициент поправки (Δt — разность температур в градусах Цельсия).

При необходимости проведения контроля массовой доли воды в уксуснокислом растворе хлорной кислоты используют метод с применением реактива Фишера по ГОСТ 14870.

Титрование следует проводить в условиях, исключающих попадание влаги.

2.4. Калия гидроокись, спиртовой раствор молярной концентрации c (KOH) = 0,5 моль/дм^3 (0,5 н.)

Формула KOH.

Относительная молекулярная масса — 56,11.

Молярная масса эквивалента — 56,11 г/моль.

2.4.1. *Реактивы и растворы*

Калия гидроокись по ГОСТ 24363.

Кислота серная по ГОСТ 4204, раствор молярной концентрации c ($^1/_2$ H_2SO_4) = 0,5 моль/дм^3 (0,5 н.) или

кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор молярной концентрации c (HCl)=0,5 моль/дм^3 (0,5 н.); растворы готовят и устанавливают коэффициент поправки по ГОСТ 25794.1.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300, высший сорт или 1-пропанол по ТУ 6—09—783.

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

2.4.2. *Приготовление раствора*

30 г гидроокиси калия растворяют в широкогорлой колбе в 1 дм^3 спирта. После отстаивания в колбе, закрытой пробкой, в течение 24 ч раствор быстро декантируют в склянку из темного стекла и сразу закрывают резиновой пробкой, обернутой тонкой фторопластовой или полиэтиленовой пленкой.

Раствор неустойчив при хранении.

Коэффициент поправки устанавливают в день применения.

Допускается готовить раствор гидроокиси калия в 1-пропаноле.

2.4.3. 30—40 см^3 раствора серной или соляной кислоты отмеряют бюреткой в коническую колбу, добавляют 2—3 капли раствора фенолфталеина и титруют из другой бюретки раствором гидроокиси калия до появления розовой окраски раствора.

2.5. Калия метилат, раствор молярной концентрации c (CH_3OK) = = 0,1 моль/дм^3 (0,1 н.)

Формула CH_3OK.

Относительная молекулярная масса — 70,13.

Молярная масса эквивалента — 70,13 г/моль.

2.5.1. *Реактивы и растворы*

Азот газообразный по ГОСТ 9293.

Кислота бензойная по ГОСТ 10521.

Бензол по ГОСТ 5955, предварительно обезвоженный следующим образом: бензол кипятят в перегонном аппарате с дефлегматором до тех пор, пока перегонится около 25 % объема. Остаток охлаждают в аппарате. Колбу с остатком отделяют от аппарата и предохраняют от попадания в нее влаги при хранении.

Диметилформамид по ГОСТ 20289, предварительно обезвоженный по ГОСТ 14870.

Калий металлический по ТУ 6—01—18 или натрий металлический по ГОСТ 3273.

Метанол-яд по ГОСТ 6995, предварительно обезвоженный по ГОСТ 14870.

Тимоловый синий (индикатор) по ТУ 6—09—3501, раствор в безводном метиловом спирте с массовой долей 0,3 %.

2.5.2. *Приготовление раствора*

В мерной колбе вместимостью 1 дм^3 осторожно в атмосфере азота в охлажденной смеси 20 см^3 метанола и 50 см^3 безводного бензола растворяют очень малыми дозами 4,00 г металлического калия (после тщательного удаления поверхностного слоя и ополаскивания безводным бензолом).

После растворения калия добавляют столько безводного метанола, чтобы раствор стал прозрачным и исчезла вторая фаза. Затем добавляют безводный бензол до помутнения раствора, затем снова метанол до осветления раствора. Этот процесс повторяют до получения 1 дм^3 прозрачного раствора.

Приготовленный раствор предохраняют от действия света, влаги, углекислоты. Коэффициент поправки устанавливают в день применения. Необходимо соблюдать меры предосторожности при работе с огнеопасными растворителями.

2.5.3. *Определение коэффициента поправки*

Формула $C_7H_6O_2$.

Относительная молекулярная масса — 122,12.

Молярная масса эквивалента — 122,12 г/моль.

0,1000—0,1100 г бензойной кислоты помещают в коническую колбу вместимостью 100 см^3 растворяют в 20 см^3 диметилформамида, добавляют 2 капли раствора тимолового синего и титруют приготовленным раствором метилата калия в атмосфере азота до синего окрашивания, при этом шлифы бюретки смазывают бензолостойкой смазкой.

В результат определения, при необходимости, вносят поправку, устанавливаемую контрольным опытом.

2.5.4. Допускается применять раствор метилата натрия, который готовят аналогичным образом из навески 2,20—2,50 г металлического натрия.

2.6. Ртуть (I) азотнокислая, растворы молярных концентраций:

c ($^1/_2$ $Hg_2(NO_3)_2 \cdot 2H_2O$) = 0,1 моль/дм^3 (0,1 н.),

c ($^1/_2$ Hg_2 $(NO_3)_2 \cdot 2H_2O$) = 0,05 моль/дм^3 (0,05 н.).

Формула Hg_2 $(NO_3)_2 \cdot 2H_2O$.

Относительная молекулярная масса — 561,22.

Молярная масса эквивалента — 280,61 г/моль.

2.6.1. *Реактивы и растворы*

Дифенилкарбазон или дифенилкарбазид по ТУ 6—09—07—1672, раствор в этиловом спирте с массовой долей 1 %.

Калий хлористый по ГОСТ 4234 или натрий хлористый по ГОСТ 4233, предварительно прокаленный до постоянной массы при 500—600 °С, или стандартный образец натрия хлористого для титриметрии ГСО I разряда № 4391—88 или ГСО II разряда.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, раствор с массовой долей 25 %, готовят по ГОСТ 4517.

Ртуть (I) азотнокислая 2-водная по ГОСТ 4521.

Ртуть по ГОСТ 4658.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300, высший сорт.

2.3.4—2.6.1. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

2.6.2. *Приготовление растворов*

К 1 дм^3 воды, содержащему 40 см^3 раствора азотной кислоты для раствора концентрации 0,1 моль/дм^3 и 20 см^3 для раствора концентрации 0,05 моль/дм^3, добавляют азотнокислую ртуть (I) в количестве 28,10 г для раствора концентрации 0,1 моль/дм^3 и 14,05 г для раствора концентрации 0,05 моль/дм^3. После растворения добавляют 1—2 капли металлической ртути. Раствор годен к употреблению через 2 сут. Раствор хранят в склянке из темного стекла длительное время.

2.6.3. *Определение коэффициента поправки*

Формула KCl.	Формула NaCl.
Относительная молекулярная масса — 74,55.	Относительная молекулярная масса — 58,44.
Молярная масса эквивалента — 74,55 г/моль.	Молярная масса эквивалента — 58,44 г/моль.

0,2000—0,2500 г хлористого калия или хлористого натрия для раствора концентрации 0,1 моль/дм^3 и 0,1000—0,1200 г для раствора концентрации 0,05 моль/дм^3 растворяют в 50 см^3 воды, прибавляют 5 см^3 раствора азотной кислоты и титруют раствором азотнокислой ртути (I), добавляя

его в объеме, меньшем теоретически вычисленного на 0,5—1,0 см³, затем добавляют 0,2 см³ раствора дифенилкарбазона или дифенилкарбазида и продолжают титрование при тщательном перемешивании до перехода окраски от голубоватой к сине-фиолетовой.

2.7. Ртуть (II) азотнокислая, раствор молярной концентрации c ($^1/_2$ $Hg(NO_3)_2 \cdot H_2O$) = 0,1 моль/дм³ (0,1 н.)

Формула $Hg(NO_3)_2 \cdot H_2O$.

Относительная молекулярная масса — 342,52.

Молярная масса эквивалента — 171,26 г/моль.

2.7.1. *Реактивы и растворы*

Аммоний железо (III) сульфат (1 : 1 : 2) 12-водный (квасцы железоаммонийные по ТУ 6—09—5359), насыщенный раствор, к которому добавлена концентрированная азотная кислота по каплям до исчезновения бурой окраски раствора.

Калий роданистый по ГОСТ 4139, выдержанный при 150 °С до постоянной массы.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, концентрированная и раствор с массовой долей 25 %.

Ртуть (II) азотнокислая, 1-водная по ГОСТ 4520.

2.7.2. *Приготовление раствора*

17,00 г азотнокислой ртути (II) растворяют в воде, содержащей 30 см³ раствора азотной кислоты, и объем доводят водой до 1 дм³. Раствор годен к употреблению через 2 сут. Раствор хранят в склянке из темного стекла длительное время.

2.7.3. *Определение коэффициента поправки*

Формула KSCN.

Относительная молекулярная масса — 97,18.

Молярная масса эквивалента — 97,18 г/моль.

0,3000—0,4000 г роданистого калия помещают в коническую колбу, растворяют в 50 см³ воды, прибавляют 5 см³ раствора азотной кислоты, 1 см³ раствора железоаммонийных квасцов и титруют раствором азотнокислой ртути (II) до обесцвечивания раствора.

2.8. Натрий азотистокислый, растворы молярных концентраций:

c ($NaNO_2$) = 0,5 моль/дм³ (0,5 н.)

c ($NaNO_2$)= 0,1 моль/дм³ (0,1 н.)

Формула $NaNO_2$.

Относительная молекулярная масса — 69,00.

Молярная масса эквивалента — 69,0 г/моль.

2.8.1. *Аппаратура, реактивы, растворы*

Иономер универсальный ЭВ-74.

Электроды платиновый и хлорсеребряный (или насыщенный каломельный).

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

Натрий азотистокислый по ГОСТ 4197.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Сульфаниламид перекристаллизованный, высушенный при 105 °С до постоянной массы.

Бумага йодкрахмальная, готовят по ГОСТ 4517.

Бумага «конго», готовят по ГОСТ 4919.1.

Кислота сульфаниловая по ГОСТ 5821, дважды перекристаллизованная из кипящей воды (растворимость в 100 г воды 0,8 г при 10 °С, 6,6 г при 100 °С). Препарат выдерживают в сушильном шкафу при 120 °С в течение 2 ч, затем растирают в ступке в мелкий порошок и снова выдерживают при 140 °С до постоянной массы.

2.8.2. *Приготовление растворов*

34,50 г азотистокислого натрия для раствора концентрации 0,5 моль/дм³ или 7,00 г для раствора 0,1 моль/дм³ растворяют в воде и доводят объем до 1 дм³.

2.8.3. *Определение коэффициента поправки*

По сульфаниловой кислоте (визуально).

Формула $C_6H_7NO_3S$.

Относительная молекулярная масса — 173,18.

Молярная масса эквивалента — 173,18 г/моль.

0,4000—0,5000 г сульфаниловой кислоты для раствора концентрации 0,1 моль/дм³ или 1,7000—2,0000 г для раствора концентрации 0,5 моль/дм³ помещают в стакан вместимостью 600 см³ и растворяют в 100 см³ воды, прибавляют по каплям раствор аммиака до полного растворения. Затем приливают 300—400 см³ воды к раствору концентрации 0,5 моль/дм³. К раствору концентрации 0,1 моль/дм³ воды не добавляют. Подкисляют растворы соляной кислотой по бумаге «конго» и

прибавляют еще 5 см³ соляной кислоты. Полученный раствор титруют соответствующим раствором азотистокислого натрия при 15 °С—20 °С при перемешивании стеклянной палочкой. В конце титрования раствор азотистокислого натрия прибавляют медленно по каплям.

Конец реакции определяют по йодкрахмальной бумаге, применяемой в качестве внешнего индикатора, для чего после прибавления раствора азотистокислого натрия наносят тонкой стеклянной палочкой каплю титруемого раствора на полоску йодкрахмальной бумаги.

Если в центре капли сразу же не появится фиолетовое пятно, то прибавляют еще некоторый объем раствора азотистокислого натрия и снова проверяют реакцию с йодкрахмальной бумагой.

Титрование продолжают до тех пор, пока капля, нанесенная на йодкрахмальную бумагу, дает сразу же фиолетовое окрашивание. После этого раствор выдерживают не менее 2 мин и снова проверяют реакцию с йодкрахмальной бумагой. Вторичное появление фиолетового пятна служит признаком конца реакции. В случае отсутствия пятна при вторичной пробе добавляют еще раствор азотистокислого натрия и снова проверяют реакцию с йодкрахмальной бумагой.

В результате определения при необходимости вносят поправку, устанавливаемую контрольным опытом.

По сульфаниламиду (электрометрически)

Формула $C_6H_8N_2O_2S$.

Относительная молекулярная масса — 172,20. Молярная масса эквивалента — 172,20 г/моль.

0,3000—0,3500 г сульфаниламида помещают в стакан вместимостью 150 см³ и, перемешивая электромагнитной мешалкой, растворяют в 25 см³ раствора соляной кислоты и 25 см³ воды. Раствор охлаждают до комнатной температуры и медленно титруют приготовленным раствором азотистокислого натрия электрометрически.

При добавлении раствора азотистокислого натрия стрелка измерительного прибора отклоняется и вновь возвращается в исходное положение. При приближении к точке эквивалентности амплитуда отклонений уменьшается и в самой точке эквивалентности стрелка займет устойчивое положение.

Последняя капля раствора азотистокислого натрия, вызвавшая значительное отклонение стрелки измерительного прибора, вычитается из общего объема раствора, израсходованного на титрование.

2.6.3—2.8.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

ПРИЛОЖЕНИЕ
Рекомендуемое

ПРИМЕР РАСЧЕТА ТОЧНОГО ОБЪЕМА РАСТВОРА АЗОТНОКИСЛОГО СЕРЕБРА МОЛЯРНОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ 0,1 моль/дм³ (0,1 н.), ИЗРАСХОДОВАННОГО НА ТИТРОВАНИЕ 0,0960 г ХЛОРИСТОГО НАТРИЯ, И КОЭФФИЦИЕНТА ПОПРАВКИ РАСТВОРА

Объем 0,1 моль/дм³ (0,1 н.) $AgNO_3$, см³	Потенциал раствора E, мВ	Разность двух последующих значений потенциалов ΔE, мВ	Разность последующих значений разности потенциалов ΔE, мВ
16,3	245	13	
16,4	258	20	+38 ($\Delta E_р$)
16,5	278	58	−23 ($\Delta E_п$)
16,6	336	35	
16,7	371		

Введя в формулу полученные значения, рассчитывают точный объем

$$V = 16{,}5 + \frac{0{,}1 \cdot 38}{61} = 16{,}56 \text{ см}^3.$$

Коэффициент поправки рассчитывают следующим образом

$$K = \frac{0{,}0960 \cdot 1000}{58{,}44 \cdot 0{,}1 \cdot 16{,}56} = 0{,}99198.$$

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности СССР

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 23.05.83 № 2302

3. Стандарт соответствует СТ СЭВ 3676—82

4. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 61—75	2.3.1	ГОСТ 5955—75	2.5.1
ГОСТ 83—79	2.3.1	ГОСТ 6995—77	2.5.1
ГОСТ 1277—75	2.2.1	ГОСТ 9293—74	2.5.1
ГОСТ 3118—77	2.4.1, 2.8.1	ГОСТ 10521—78	2.5.1
ГОСТ 3273—75	2.5.1	ГОСТ 14870—77	2.5.1
ГОСТ 3760—79	2.8.1	ГОСТ 18300—87	2.2.1, 2.4.1, 2.6.1
ГОСТ 4139—75	2.1.1, 2.7.1	ГОСТ 24363—80	2.4.1
ГОСТ 4197—74	2.8.1	ГОСТ 25794.1—83	1.1, 2.3.1, 2.4.1
ГОСТ 4204—77	2.2.1, 2.4.1	ГОСТ 27067—86	2.1.1
ГОСТ 4217—77	2.2.1	ГОСТ 29251—91	2.3.1
ГОСТ 4233—77	2.2.1, 2.6.1	ТУ 6—01—18—90	2.5.1
ГОСТ 4234—77	2.2.1, 2.6.1	ТУ 6—09—783—76	2.4.1
ГОСТ 4328—77	2.3.1	ТУ 6—09—945—86	2.3.1
ГОСТ 4459—75	2.2.1	ТУ 6—09—3501—78	2.5.1
ГОСТ 4461—77	2.1.1, 2.6.1, 2.7.1	ТУ 6—09—5359—88	2.1.1, 2.7.1
ГОСТ 4517—87	2.6.1, 2.8.1	ТУ 6—09—5360—88	2.4.1
ГОСТ 4520—78	2.7.1	ТУ 6—09—5171—84	2.3.1
ГОСТ 4521—78	2.6.1	ТУ 6—09—07—1388—84	2.3.1
ГОСТ 4658—73	2.6.1	ТУ 6—09—09—304—87	2.3.1
ГОСТ 4919.1—77	2.8.1	ТУ 6—09—2231—82	2.2.1
ГОСТ 5815—77	2.3.1	ТУ 6—09—2878—84	2.3.1
ГОСТ 5819—78	2.3.1	ТУ 6—09—07—1672—88	2.6.1
ГОСТ 5821—78	2.8.1		

6. Ограничение срока действия снято по протоколу № 7—95 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11—95)

7. ИЗДАНИЕ (октябрь 2006 г.) с Изменением № 1, утвержденным в декабре 1990 г. (ИУС 4—91)

Переиздание (по состоянию на апрель 2008 г.)

Редактор *Р.Г. Говердовская*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *А.С. Черноусова*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Подписано в печать 27.05.2008. Формат 60×84 1/8. Бумага офсетная. Гарнитура Таймс. Печать офсетная. Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 0,75. Тираж 200 экз. Зак. 608.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru
Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ
Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.

gost.e-ecolog.ru