



НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

---

Хімічні реактиви

**МЕТОДИ ГОТУВАННЯ РОЗЧИНІВ  
ДЛЯ КИСЛОТНО-ЛУЖНОГО ТИТРУВАННЯ  
ТА ВИЗНАЧЕННЯ ЇХНЬОЇ МОЛЯРНОЇ  
КОНЦЕНТРАЦІЇ**

ДСТУ 7258:2012

*Видання офіційне*

БЗ № 7—12—2012/22



Київ  
МІНЕКОНОМРОЗВИТКУ УКРАЇНИ  
2013

## ПЕРЕДМОВА

1 ВНЕСЕНО: 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 («Укрметртест-стандарт»)

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 25794.1–83)

---

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.....	2
4 Вимоги щодо безпеки.....	3
5 Готування титрованих розчинів натрію гідроксиду та визначання їхньої молярної концентрації ...	3
5.1 Правила готування титрованих розчинів натрію гідроксиду та визначення їхньої молярної концентрації .....	3
5.2 Засоби вимірювання, допоміжні пристрої, реактиви та матеріали .....	3
5.3 Методика готування титрованих розчинів натрію гідроксиду .....	3
5.4 Методика визначення молярної концентрації натрію гідроксиду .....	4
5.5 Правила опрацювання результатів випробування .....	5
5.6 Правила оформлення результатів випробування .....	5
5.7 Правила зберігання титрованих розчинів натрію гідроксиду .....	5
5.8 Збіжність і відтворюваність результатів випробування.....	5
6 Готування та визначання молярної концентрації титрованих розчинів соляної кислоти .....	6
6.1 Правила готування титрованих розчинів соляної кислоти та визначення їхньої молярної концентрації .....	6
6.2 Засоби вимірювання, допоміжні пристрої, реактиви та матеріали .....	6
6.3 Методика готування титрованих розчинів соляної кислоти .....	6
6.4 Методика визначення молярної концентрації титрованих розчинів соляної кислоти .....	7
6.5 Правила опрацювання результатів випробування.....	7
6.6 Правила оформлення результатів випробування .....	7
6.7 Правила зберігання титрованих розчинів соляної кислоти .....	7
6.8 Збіжність і відтворюваність результатів випробування.....	7
7 Готування та визначання молярної концентрації титрованих розчинів сірчаної кислоти .....	8
7.1 Правила готування титрованих розчинів сірчаної кислоти та визначення їхньої молярної концентрації .....	8
7.2 Засоби вимірювання, допоміжні пристрої, реактиви та матеріали .....	8
7.3 Методика готування титрованих розчинів сірчаної кислоти .....	8
7.4 Методика визначення молярної концентрації титрованих розчинів сірчаної кислоти .....	9
7.5 Правила опрацювання результатів випробування.....	9
7.6 Правила оформлення результатів випробування .....	9
7.7 Правила зберігання титрованих розчинів сірчаної кислоти .....	9
7.8 Збіжність і відтворюваність результатів випробування.....	9
Додаток А Розраховування температурних поправок до значень молярної концентрації компонентів титрованих розчинів.....	10
Додаток Б Методика очищення калію гідрофталату та натрію карбонату.....	11
Додаток В Бібліографія .....	13

## НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

ХІМІЧНІ РЕАКТИВИ

**МЕТОДИ ГОТУВАННЯ РОЗЧИНІВ  
ДЛЯ КИСЛОТНО-ЛУЖНОГО ТИТРУВАННЯ  
ТА ВИЗНАЧЕННЯ ЇХНЬОЇ МОЛЯРНОЇ КОНЦЕНТРАЦІЇ**

ХИМИЧЕСКИЕ РЕАКТИВЫ

**МЕТОДЫ ПРИГОТОВЛЕНИЯ РАСТВОРОВ  
ДЛЯ КИСЛОТНО-ОСНОВНОГО ТИТРОВАНИЯ  
И ОПРЕДЕЛЕНИЯ ИХ МОЛЯРНОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ**

CHEMICAL REAGENTS

**METHODS OF PREPARATION OF SOLUTIONS  
FOR ACID-BASE 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, призначених для кислотно-лужного титрування:

- розчину натрію гідроксиду з молярними концентраціями від 0,02 моль/дм<sup>3</sup> до 1,0 моль/дм<sup>3</sup>;
- розчину соляної кислоти з молярними концентраціями від 0,02 моль/дм<sup>3</sup> до 1,0 моль/дм<sup>3</sup>;
- розчину сірчаної кислоти з молярними концентраціями від 0,01 моль/дм<sup>3</sup> до 0,5 моль/дм<sup>3</sup>.

**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 4221:2003 Спирт етиловий ректифікований. Технічні умови

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

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 83-79 Реактивы. Натрий углекислый. Технические условия (Реактивы. Натрий углекислый. Технічні умови)

ГОСТ 450–77 Кальций хлористый технический. Технические условия (Кальцію хлорид технічний. 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 3118–77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия (Реактиви. Кислота соляна. Технічні умови)

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

ГОСТ 4108–72 Реактивы. Барий хлорид 2-водный. Технические условия (Реактиви. Барію хлорид 2-водний. 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 4234–77 Реактивы. Калий хлористый. Технические условия (Реактиви. Калію хлорид. Технічні умови)

ГОСТ 4328–77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия (Реактиви. Натрію гідроксид. 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 6563–75 Изделия технические из благородных металлов и сплавов. Технические условия (Вироби технічні з благородних металів і сплавів. 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 18704–78 Кислота борная. Технические условия (Кислота борна. 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 28498–90 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний (Термометри рідинні скляні. Загальні технічні вимоги. Методи випробування)

ГОСТ 29227–91 (ИСО 835-1–81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования (Посуд лабораторний скляний. Піпетки градуйовані. Частина 1. Загальні вимоги)

ГОСТ 29252–91 (ИСО 385-2–84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 2. Бюретки без времени ожидания (Посуд лабораторний скляний. Бюретки. Частина 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 ТИТРОВАНИХ РОЗЧИНІВ НАТРІЮ ГІДРОКСИДУ ТА ВИЗНАЧАННЯ ЇХНЬОЇ МОЛЯРНОЇ КОНЦЕНТРАЦІЇ

### 5.1 Правила готування титрованих розчинів натрію гідроксиду та визначення їхньої молярної концентрації

Дотримуються правил, наведених у 5.1 ДСТУ 7259.

Вимірвальний скляний посуд (мірні колби, бюретки та піпетки), який використовують під час готування розчинів та визначання молярної концентрації компонентів, має бути відградуйовано принаймні один раз на 3 міс. згідно з додатком А ДСТУ 7259.

### 5.2 Засоби вимірювання, допоміжні пристрої, реактиви та матеріали

Для готування розчинів натрію гідроксиду та визначення їхньої молярної концентрації 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;
- термометр із ціною поділки  $0,1 ^\circ\text{C}$  — згідно з ГОСТ 28498, для вимірювання температури від  $0 ^\circ\text{C}$  до  $50 ^\circ\text{C}$ ;
- піпетки місткістю 1, 2, 5, 10 та  $25 \text{ см}^3$  будь-якого виконання — згідно з ГОСТ 29227 (ИСО 835-1);
- колби 2—100—1 та 2—1000—1 — згідно з ГОСТ 1770;
- стаканчики для зважування СН-85/15 — згідно з ГОСТ 25336;
- колби Кн-1—500—29/32 — згідно з ГОСТ 25336;
- бюретки місткістю  $50 \text{ см}^3$  та  $100 \text{ см}^3$  — згідно з ГОСТ 29252 (ИСО 385-2);
- ексикатор будь-якого виконання — згідно з ГОСТ 25336;
- воду для застосування в лабораторіях, будь-якого класу — згідно з ДСТУ ISO 3696;
- вільну від газів воду, свіжоприготовану — згідно з додатком Б ДСТУ 7259;
- натрію гідроксид — згідно з ГОСТ 4328;
- розчин натрію гідроксиду з молярною концентрацією  $0,1 \text{ моль/дм}^3$  у вільній від газів воді;
- калію гідрофталат — згідно з чинним нормативним документом, очищений згідно з додатком Б;
- калію хлорид — згідно з ГОСТ 4234;
- розчин калію хлориду з молярною концентрацією  $0,2 \text{ моль/дм}^3$  у вільній від газів воді;
- борну кислоту — згідно з ГОСТ 18704;
- розчин борної кислоти з молярною концентрацією  $0,2 \text{ моль/дм}^3$  у вільній від газів воді;
- фенолфталеїн — згідно з чинним нормативним документом;
- розчин з масовою часткою  $0,1 \%$  фенолфталеїну в етиловому спирті згідно з ДСТУ 4221;
- папір фільтрувальний лабораторний марки ФБ або ФС — згідно з ГОСТ 12026 або папір фільтрувальний — згідно з чинним нормативним документом;
- силікагель — згідно з ГОСТ 3956, прожарений за температури  $(180 \pm 20) ^\circ\text{C}$  і охолоджений в ексикаторі.

Примітка 1. Розміри ексикатора встановлюють відповідно до кількості силікагелю, який охолоджують.

### 5.3 Методика готування титрованих розчинів натрію гідроксиду

#### 5.3.1 Готування розчину з масовою часткою натрію гідроксиду 50 %

Зважують 162 г натрію гідроксиду і розчиняють речовину в  $150 \text{ см}^3$  вільної від газів води. Розчин охолоджують до температури  $(20 \pm 5) ^\circ\text{C}$  і фільтрують крізь паперовий фільтр.

Примітка 2. Якщо використовують воду, що містить вуглекислий газ, розчин після охолодження переливають у поліетиленову посудину, закорковують гумовим або поліетиленовим корком і витримують упродовж 2—3 тижнів до повного осадження натрію вуглекислого. Надалі використовують прозорий розчин, отриманий відстоюванням.

### 5.3.2 Готування розчинів натрію гідроксиду з молярною концентрацією від 0,02 моль/дм<sup>3</sup> до 1,0 моль/дм<sup>3</sup>

У мірну колбу місткістю 1000 см<sup>3</sup> за допомогою піпетки вносять розчин з масовою часткою натрію гідроксиду 50 % (розчин має бути прозорим), необхідний об'єм якого визначають за таблицею 1. Заповнюють колбу до позначки водою, вільною від газів. Отриманий розчин ретельно перемішують.

Таблиця 1 — Маса натрію гідроксиду та об'єм розчину з масовою часткою натрію гідроксиду 50 %, необхідні для готування титрованих розчинів натрію гідроксиду

Очікувана молярна концентрація титрованого розчину натрію гідроксиду, моль/дм <sup>3</sup>	Маса натрію гідроксиду, яка відповідає 1 дм <sup>3</sup> титрованого розчину, г	Об'єм розчину з масовою часткою натрію гідроксиду 50 %, см <sup>3</sup>
0,02	0,8	1,1
0,04	1,6	2,2
0,05	2,0	2,7
0,10	4,0	5,4
0,20	8,0	10,9
0,25	10,0	13,6
0,50	20,0	27,2
1,00	40,0	54,5

### 5.4 Методика визначення молярної концентрації натрію гідроксиду

5.4.1 У порцеляновій або агатовій ступі розтирають від 10 г до 20 г калію гідрофталату так, щоб розміри часток становили не більше ніж 0,1 мм, пересипають реактив у стаканчик для зважування та висушують його в сушильній шафі за температури (120 ± 5) °С упродовж 3 год. Після цього стаканчик закривають кришкою та охолоджують до температури (20 ± 5) °С в ексікаторі, заповненому силікагелем.

5.4.2 Розчин для визначення точки кінця титрування готують у такий спосіб.

У мірну колбу місткістю 100 см<sup>3</sup> наливають по 25 см<sup>3</sup> розчину борної кислоти та розчину калію хлориду. Додають 12 см<sup>3</sup> розчину натрію гідроксиду з молярною концентрацією 0,1 моль/дм<sup>3</sup> та три краплі розчину фенолфталеїну.

5.4.3 Необхідну масу висушеного згідно з 5.4.1 калію гідрофталату, визначену за таблицею 2, переносять у конічну колбу місткістю 500 см<sup>3</sup>. Дозволено визначати масу калію гідрофталату за різницею результатів двох зважувань. Додають 100 см<sup>3</sup> вільної від газів води та розчиняють калію гідрофталат. Додають у колбу три краплі розчину фенолфталеїну.

Таблиця 2 — Маса висушеного калію гідрофталату, яку використовують під час визначення молярної концентрації натрію гідроксиду

Очікувана молярна концентрація розчину натрію гідроксиду, моль/дм <sup>3</sup>	Маса калію гідрофталату, г
0,02	0,19 ± 0,005
0,04	0,38 ± 0,005
0,05	0,47 ± 0,005
0,10	0,95 ± 0,05
0,20	1,90 ± 0,05
0,25	2,35 ± 0,05
0,50	4,75 ± 0,05
1,00	9,00 ± 0,05

Примітка 3. У таблиці наведено значення мас для випадку застосування бюретки місткістю 50 см<sup>3</sup>. Якщо використовують бюретки іншої місткості, масу наважок відповідно змінюють. Наприклад, для бюретки місткістю 100 см<sup>3</sup> масу наважки подвоюють

**5.4.4** Розчин калію гідрофталату титрують випробним розчином натрію гідроксиду доти, доки кольори розчину в колбі і розчину, приготованого згідно з 5.4.2, візуально не стануть однаковими. Записують об'єм розчину натрію гідроксиду, використаного під час випробування.

### 5.5 Правила опрацювання результатів випробування

Молярну концентрацію розчину натрію гідроксиду  $c_{\text{NaOH}}$  у молях на кубічний дециметр обчислюють за формулою (1):

$$c_{\text{NaOH}} = \frac{4,89644 \cdot m_{\text{КНР}}}{V_{\text{NaOH}}}, \quad (1)$$

де  $m_{\text{КНР}}$  — маса калію гідрофталату, витраченого під час випробування, г;  
 $V_{\text{NaOH}}$  — об'єм розчину натрію гідроксиду, витраченого під час випробування, см<sup>3</sup>;  
 4,89644 — величина співвідношення між кількістю кубічних сантиметрів в 1 дм<sup>3</sup> та кількістю грамів, що відповідають 1 молю калію гідрофталату, см<sup>3</sup> · моль/(дм<sup>3</sup> · г).

### 5.6 Правила оформлення результатів випробування

Результати випробування оформлюють згідно з ДСТУ ISO/IEC 17025.

Якщо молярна концентрація розчинів натрію гідроксиду становить від 0,1 моль/дм<sup>3</sup> до 1 моль/дм<sup>3</sup> включно, результат випробування записують із точністю до 0,001 моль/дм<sup>3</sup>. Якщо молярна концентрація розчину менше ніж 0,1 моль/дм<sup>3</sup>, результат випробування записують із точністю до 0,0001 моль/дм<sup>3</sup>.

### 5.7 Правила зберігання титрованих розчинів натрію гідроксиду

**5.7.1** Розчини зберігають у щільно закоркованих пляшках, виготовлених із поліолефінів (з поліетилену, поліпропілену тощо). 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).

**5.7.2** Якщо розчин використовують за температури, яка відрізняється від температури, за якої визначали його молярну концентрацію (цю температуру фіксують у робочому журналі та на маркованні пляшки з титрованим розчином), до цього значення концентрації розчину вносять поправку відповідно до додатка А.

**5.7.3** Молярну концентрацію натрію гідроксиду визначають щомісяця.

### 5.8 Збіжність і відтворюваність результатів випробування

#### 5.8.1 Характеристики збіжності

Різниця між результатами вимірювання, розрахованими як середнє арифметичне значення результатів двох послідовних визначень молярної концентрації натрію гідроксиду з номінальним значенням 1,0 моль/дм<sup>3</sup>, отриманих одним виконавцем у тій самій лабораторії в один день, із ймовірністю 95 % не перевищує 0,0018 моль/дм<sup>3</sup>. Експериментальний середній квадратичний відхил результатів такого визначення (далі — СКВ) становить 0,0007 моль/дм<sup>3</sup> за кількості ступенів свободи 36.

Різниця між результатами вимірювання, розрахованими як середнє арифметичне значення результатів двох послідовних визначень молярної концентрації натрію гідроксиду з номінальним значенням 1,0 моль/дм<sup>3</sup>, отриманих одним виконавцем у тій самій лабораторії в різні дні, із ймовірністю 95 % не перевищує 0,0019 моль/дм<sup>3</sup>. Експериментальний СКВ результатів такого вимірювання становить 0,0007 моль/дм<sup>3</sup> за кількості ступенів свободи 18.

Різниця між результатами вимірювання, розрахованими як середнє арифметичне значення результатів двох послідовних визначень молярної концентрації натрію гідроксиду з номінальним значенням 0,1 моль/дм<sup>3</sup>, отриманих одним виконавцем у тій самій лабораторії в один день, із ймовірністю 95 % не перевищує 0,0003 моль/дм<sup>3</sup>. Експериментальний СКВ результатів такого вимірювання становить 0,0001 моль/дм<sup>3</sup> за кількості ступенів свободи 28.

Різниця між результатами вимірювання, розрахованими як середнє арифметичне значення результатів двох послідовних визначень молярної концентрації натрію гідроксиду з номінальним значенням 0,1 моль/дм<sup>3</sup>, отриманих одним виконавцем у тій самій лабораторії в різні дні, із ймовірністю 95 % не перевищує 0,0003 моль/дм<sup>3</sup>. Експериментальний СКВ результатів такого вимірювання становить 0,0001 моль/дм<sup>3</sup> за кількості ступенів свободи 14.



### 5.8.2 Характеристики відтворюваності

Різниця між результатами вимірювання, розрахованими як середнє арифметичне значення результатів двох послідовних визначень молярної концентрації натрію гідроксиду з номінальним значенням  $1,0 \text{ моль/дм}^3$ , отриманих різними виконавцями в різних лабораторіях, із ймовірністю 95 % не перевищує  $0,0029 \text{ моль/дм}^3$ . Експериментальний СКВ результатів такого вимірювання становить  $0,001 \text{ моль/дм}^3$  за кількості ступенів свободи 17.

Різниця між результатами вимірювання, розрахованими як середнє арифметичне значення результатів двох послідовних визначень молярної концентрації натрію гідроксиду з номінальним значенням  $0,1 \text{ моль/дм}^3$ , отриманих різними виконавцями в різних лабораторіях, із ймовірністю 95 % не перевищує  $0,0005 \text{ моль/дм}^3$ . Експериментальний СКВ результатів такого вимірювання становить  $0,0002 \text{ моль/дм}^3$  за кількості ступенів свободи 13.

## 6 ГОТУВАННЯ ТА ВИЗНАЧАННЯ МОЛЯРНОЇ КОНЦЕНТРАЦІЇ ТИТРОВАНИХ РОЗЧИНІВ СОЛЯНОЇ КИСЛОТИ

### 6.1 Правила готування титрованих розчинів соляної кислоти та визначення їхньої молярної концентрації

Готують титровані розчини соляної кислоти та визначають їхню молярну концентрацію, дотримуючись правил, наведених у 5.1 ДСТУ 7259.

Примітка 4. Градування мірного посуду один раз на 3 міс. не є обов'язковим.

### 6.2 Засоби вимірювання, допоміжні пристрої, реактиви та матеріали

Для готування розчинів соляної кислоти та визначення їхньої молярної концентрації використовують такі засоби вимірювання, допоміжні пристрої, реактиви та матеріали:

- ваги лабораторні класу точності не нижче ніж середній — згідно з ДСТУ EN 45501;
- колби 2—1000—1 — згідно з ГОСТ 1770;
- колбу Кн-1—500—29/32 — згідно з ГОСТ 25336;
- піпетки місткістю 1, 2, 5, 10 та  $25 \text{ см}^3$  будь-якого виконання — згідно з ГОСТ 29227 (ИСО 835-1);
- бюретки місткістю  $50 \text{ см}^3$  та  $100 \text{ см}^3$  — згідно з ГОСТ 29252 (ИСО 835-2);
- воду для застосування в лабораторіях, будь-якого класу — згідно з ДСТУ ISO 3696;
- соляну кислоту — згідно з ГОСТ 3118;
- натрію карбонат — згідно з ГОСТ 83, очищений згідно з додатком Б;
- розчин з масовою часткою метилового червоного 0,1 % — згідно з чинним нормативним документом, в етиловому спирті згідно з ДСТУ 4221.

Примітка 5. Використовують натрію карбонат, очищений згідно з додатком Б.

### 6.3 Методика готування титрованих розчинів соляної кислоти

У мірну колбу місткістю  $1000 \text{ см}^3$  за допомогою піпетки чи бюретки вміщують необхідну порцію концентрованої (густиною  $1,19 \text{ г/см}^3$ ) соляної кислоти, об'єм якої визначають за таблицею 3. Додають у розчин до позначки воду для застосування в лабораторіях (далі — вода), перемішують його та зберігають у щільно закритій скляній тарі.

Таблиця 3 — Об'єм соляної кислоти, необхідний для приготування титрованих розчинів

Очікувана молярна концентрація розчину соляної кислоти, $\text{моль/дм}^3$	Об'єм соляної кислоти густиною $1,19 \text{ г/см}^3$ , $\text{см}^3$
0,02	1,66
0,04	3,32
0,10	8,30
0,20	16,60
0,50	41,50
1,00	83,00

#### 6.4 Методика визначення молярної концентрації титрованих розчинів соляної кислоти

6.4.1 У конічну колбу місткістю 500 см<sup>3</sup> вносять зважену порцію натрію карбонату, масу якої визначають згідно з таблицею 4. Дозволено визначати масу реактиву за різницею результатів двох зважувань.

Таблиця 4 — Маса натрію карбонату, яку використовують під час визначання молярної концентрації титрованих розчинів соляної кислоти

Очікувана молярна концентрація розчину соляної кислоти, моль/дм <sup>3</sup>	Маса натрію карбонату, г
0,02	0,088 ± 0,001*
0,04	0,176 ± 0,001*
0,1	0,22 ± 0,01**
0,2	0,44 ± 0,01**
0,5	1,10 ± 0,01**
1,0	2,20 ± 0,01**

\* Використовують бюретку місткістю 100 см<sup>3</sup>.  
\*\* Використовують бюретку місткістю 50 см<sup>3</sup>.

6.4.2 У колбу наливають 50 см<sup>3</sup> води та розчиняють натрію карбонат. Додають у колбу дві краплі розчину метилового червоного.

6.4.3 Титрують розчин у колбі випробним розчином соляної кислоти до появи червоного забарвлення розчину.

Розчин обережно кип'ятять до зникнення забарвлення, охолоджують до температури (20 ± 5) °С та продовжують титрувати до появи червоного забарвлення розчину.

Кип'ятіння, охолодження, титрування розчину повторюють до появи слабого червоного забарвлення розчину, яке не зникає під час кип'ятіння.

Записують об'єм розчину соляної кислоти, використаного під час випробування.

#### 6.5 Правила опрацювання результатів випробування

Молярну концентрацію розчину соляної кислоти  $c_{\text{HCl}}$  у молях на кубічний дециметр обчислюють за формулою (2):

$$c_{\text{HCl}} = \frac{18,86970 \cdot m_{\text{Na}_2\text{CO}_3}}{V_{\text{HCl}}}, \quad (2)$$

де  $m_{\text{Na}_2\text{CO}_3}$  — маса натрію карбонату, використаного під час випробування, г;

$V_{\text{HCl}}$  — об'єм розчину соляної кислоти, використаного під час випробування, см<sup>3</sup>;

18,86970 — величина співвідношення між кількістю кубічних сантиметрів у 2 дм<sup>3</sup> та кількістю грамів, що відповідають 1 молю натрію карбонату, см<sup>3</sup> · моль/(дм<sup>3</sup> · г).

#### 6.6 Правила оформлення результатів випробування

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

#### 6.7 Правила зберігання титрованих розчинів соляної кислоти

Титровані розчини соляної кислоти зберігають згідно з 5.7 у щільно закоркованих скляних пляшках. Дозволено не застосовувати наведені у 5.7 запобіжні заходи під час видалення розчину з пляшки.

#### 6.8 Збіжність і відтворюваність результатів випробування

##### 6.8.1 Характеристики збіжності

Різниця між результатами вимірювання молярної концентрації соляної кислоти з номінальним значенням 1,0 моль/дм<sup>3</sup> за допомогою натрію карбонату, отриманих одним виконавцем у тій самій лабораторії в один день, із ймовірністю 95 % не перевищує 0,0011 моль/дм<sup>3</sup>. Експериментальний СКВ результатів такого вимірювання становить 0,0004 моль/дм<sup>3</sup> за кількості ступенів свободи 36.

Різниця між результатами вимірювання, розрахованими як середнє арифметичне значення результатів двох послідовних визначень молярної концентрації натрію гідроксиду з номінальним значенням  $1,0 \text{ моль/дм}^3$  за допомогою натрію карбонату, отриманих одним виконавцем у тій самій лабораторії в різні дні, із ймовірністю 95 % не перевищує  $0,0017 \text{ моль/дм}^3$ . Експериментальний СКВ результатів такого вимірювання становить  $0,0006 \text{ моль/дм}^3$  за кількості ступенів свободи 18.

Різниця між результатами вимірювання молярної концентрації соляної кислоти з номінальним значенням  $0,1 \text{ моль/дм}^3$  за допомогою натрію карбонату, отриманих одним виконавцем у тій самій лабораторії в один день, із ймовірністю 95 % не перевищує  $0,0003 \text{ моль/дм}^3$ . Експериментальний СКВ результатів такого вимірювання становить  $0,0001 \text{ моль/дм}^3$  за кількості ступенів свободи 28.

Різниця між результатами вимірювання, розрахованими як середнє арифметичне значення результатів двох послідовних визначень молярної концентрації соляної кислоти з номінальним значенням  $0,1 \text{ моль/дм}^3$  за допомогою натрію карбонату, отриманих одним виконавцем у тій самій лабораторії в різні дні, із ймовірністю 95 % не перевищує  $0,0002 \text{ моль/дм}^3$ . Експериментальний СКВ результатів такого вимірювання становить  $0,0001 \text{ моль/дм}^3$  за кількості ступенів свободи 14.

### 6.8.2 Характеристики відтворюваності

Різниця між результатами вимірювання, розрахованими як середнє арифметичне значення результатів двох послідовних визначень молярної концентрації соляної кислоти з номінальним значенням  $1,0 \text{ моль/дм}^3$ , отриманих різними виконавцями в різних лабораторіях, із ймовірністю 95 % не перевищує  $0,0042 \text{ моль/дм}^3$ . Експериментальний СКВ результатів такого вимірювання становить  $0,0015 \text{ моль/дм}^3$  за кількості ступенів свободи 17.

Різниця між результатами вимірювання, розрахованими як середнє арифметичне значення результатів двох послідовних визначень молярної концентрації соляної кислоти з номінальним значенням  $0,1 \text{ моль/дм}^3$ , отриманих різними виконавцями в різних лабораторіях, із ймовірністю 95 % не перевищує  $0,0005 \text{ моль/дм}^3$ . Експериментальний СКВ результатів такого вимірювання становить  $0,0002 \text{ моль/дм}^3$  за кількості ступенів свободи 17.

## 7 ГОТУВАННЯ ТА ВИЗНАЧАННЯ МОЛЯРНОЇ КОНЦЕНТРАЦІЇ ТИТРОВАНИХ РОЗЧИНІВ СІРЧАНОЇ КИСЛОТИ

### 7.1 Правила готування титрованих розчинів сірчаної кислоти та визначення їхньої молярної концентрації

Готують титровані розчини сірчаної кислоти та визначають їхню молярну концентрацію, дотримуючись правил, наведених у 5.1 ДСТУ 7259.

### 7.2 Засоби вимірювання, допоміжні пристрої, реактиви та матеріали

Для готування титрованих розчинів сірчаної кислоти та визначення їхньої молярної концентрації використовують допоміжні пристрої, реактиви та матеріали згідно з 6.2. Замість піпеток використовують градуйовані циліндри згідно з ГОСТ 1770, замість соляної кислоти використовують сірчану кислоту згідно з ГОСТ 4204.

Примітка 6 Градування мірного посуду один раз на 3 міс. не є обов'язковим.

Примітка 7. Місткість градуйованих циліндрів установлюють залежно від необхідної кількості сірчаної кислоти

### 7.3 Методика готування титрованих розчинів сірчаної кислоти

У мірну колбу місткістю  $1000 \text{ см}^3$  за допомогою градуйованого циліндра вміщують необхідну порцію концентрованої сірчаної кислоти (з густиною  $1,84 \text{ г/см}^3$ ), об'єм якої визначають за таблицею 5.

Таблиця 5 — Об'єм сірчаної кислоти (густиною  $1,84 \text{ г/см}^3$ ), яку використовують для приготування титрованих розчинів

Очікувана молярна концентрація розчину сірчаної кислоти, $\text{моль/дм}^3$	Об'єм сірчаної кислоти, $\text{см}^3$
0,01	0,6
0,05	3,0
0,10	6,0
0,25	15,0
0,50	30,0

Об'єм розчину доводять до позначки водою, перемішують розчин і зберігають його в щільно закритій скляній тарі.

#### 7.4 Методика визначення молярної концентрації титрованих розчинів сірчаної кислоти

**7.4.1** Готують розчин натрію карбонату згідно з 6.4.1. Під час зважування необхідну кількість реактиву визначають за таблицею 6.

**7.4.2** Виконують випробовування згідно з 6.4.3. Замість розчину соляної кислоти використовують розчин сірчаної кислоти.

Таблиця 6 — Маса прожареного натрію карбонату, яку використовують під час визначення молярної концентрації титрованих розчинів сірчаної кислоти

Молярна концентрація розчину сірчаної кислоти, моль/дм <sup>3</sup>	Маса натрію карбонату, г
0,01	0,088 ± 0,001*
0,05	0,22 ± 0,01**
0,10	0,44 ± 0,01**
0,25	1,10 ± 0,01**
0,50	2,20 ± 0,01**
* Використовують бюретку місткістю 100 см <sup>3</sup> . ** Використовують бюретку місткістю 50 см <sup>3</sup> .	

#### 7.5 Правила опрацювання результатів випробування

Молярну концентрацію розчину сірчаної кислоти  $c_{\text{H}_2\text{SO}_4}$  у молях на кубічний дециметр обчислюють за формулою (3):

$$c_{\text{H}_2\text{SO}_4} = \frac{9,43485 \cdot m_{\text{Na}_2\text{CO}_3}}{V_{\text{H}_2\text{SO}_4}}, \quad (3)$$

де  $m_{\text{Na}_2\text{CO}_3}$  — маса натрію карбонату, використаного під час випробовування, г;  
 $V_{\text{H}_2\text{SO}_4}$  — об'єм розчину сірчаної кислоти, використаного під час випробовування, см<sup>3</sup>;  
 9,43485 — величина співвідношення між кількістю кубічних сантиметрів у 1 дм<sup>3</sup> та кількістю грамів, що відповідають 1 молю натрію карбонату, см<sup>3</sup> · моль/(дм<sup>3</sup> · г).

#### 7.6 Правила оформлення результатів випробування

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

#### 7.7 Правила зберігання титрованих розчинів сірчаної кислоти

Титровані розчини сірчаної кислоти зберігають згідно з 6.7.

#### 7.8 Збіжність і відтворюваність результатів випробування

##### 7.8.1 Характеристика збіжності

Різниця між результатами вимірювання молярної концентрації сірчаної кислоти з номінальним значенням 0,5 моль/дм<sup>3</sup> за допомогою натрію карбонату, отриманих одним виконавцем у тій самій лабораторії в один день, із ймовірністю 95 % не перевищує 0,0006 моль/дм<sup>3</sup>. Експериментальний СКВ результатів такого вимірювання становить 0,0002 моль/дм<sup>3</sup> за кількості ступенів свободи 36.

Різниця між результатами вимірювання, розрахованими як середнє арифметичне значення результатів двох послідовних визначень молярної концентрації сірчаної кислоти з номінальним значенням 0,5 моль/дм<sup>3</sup> за допомогою натрію карбонату, отриманих одним виконавцем у тій самій лабораторії в різні дні, із ймовірністю 95 % не перевищує 0,0009 моль/дм<sup>3</sup>. Експериментальний СКВ результатів такого вимірювання становить 0,0003 моль/дм<sup>3</sup> за кількості ступенів свободи 18.

Різниця між результатами вимірювання молярної концентрації сірчаної кислоти з номінальним значенням 0,05 моль/дм<sup>3</sup> за допомогою натрію карбонату, отриманих одним виконавцем у тій самій лабораторії в один день, із ймовірністю 95 % не перевищує 0,0002 моль/дм<sup>3</sup>. Експериментальний СКВ результатів такого вимірювання становить 0,00005 моль/дм<sup>3</sup> за кількості ступенів свободи 28.

Різниця між результатами вимірювання, розрахованими як середнє арифметичне значення результатів двох послідовних визначень молярної концентрації сірчаної кислоти з номінальним значенням  $0,05 \text{ моль/дм}^3$  за допомогою натрію карбонату, отриманих одним виконавцем у тій самій лабораторії в різні дні, із ймовірністю 95 % не перевищує  $0,0001 \text{ моль/дм}^3$ . Експериментальний СКВ результатів такого вимірювання становить  $0,00004 \text{ моль/дм}^3$  за кількості ступенів свободи 14.

### 7.8.2 Характеристики відтворюваності

Різниця між результатами вимірювання, розрахованими як середнє арифметичне значення результатів двох послідовних визначень молярної концентрації сірчаної кислоти з номінальним значенням  $0,5 \text{ моль/дм}^3$ , отриманих різними виконавцями в різних лабораторіях, із ймовірністю 95 % не перевищує  $0,0021 \text{ моль/дм}^3$ . Експериментальний СКВ результатів такого вимірювання становить  $0,0008 \text{ моль/дм}^3$  за кількості ступенів свободи 17.

Різниця між результатами вимірювання, розрахованими як середнє арифметичне значення результатів двох послідовних визначень молярної концентрації сірчаної кислоти з номінальним значенням  $0,05 \text{ моль/дм}^3$ , отриманих різними виконавцями в різних лабораторіях, із ймовірністю 95 % не перевищує  $0,0003 \text{ моль/дм}^3$ . Експериментальний СКВ результатів такого вимірювання становить  $0,0001 \text{ моль/дм}^3$  за кількості ступенів свободи 17.

## 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 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 <sup>3</sup>	Поправковий коефіцієнт, моль/(дм <sup>3</sup> · °С)	Компонент розчину, для якого визначено поправковий коефіцієнт
1,0	0,00035	NaOH, HCl
0,5	0,00014	NaOH, HCl, H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>
0,1	0,00002	NaOH, HCl, H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>
0,05	0,00001	NaOH, HCl, H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>
0,01	—	NaOH, HCl, H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>

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

$$c_{t_2} = c_{t_1} + (t_1 - t_2) \cdot F, \quad (\text{А.1})$$

де  $c_{t_2}$  — молярна концентрація компонента титрованого розчину за температури його використання, моль/дм<sup>3</sup>;

$c_{t_1}$  — молярна концентрація компонента титрованого розчину за температури її визначання, моль/дм<sup>3</sup>;

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

$t_2$  — температура, за якої використовують титрований розчин, °С;

$F$  — поправковий коефіцієнт, який враховує термічне розширення розчину, моль/(дм<sup>3</sup> · °С).

ДОДАТОК Б  
(обов'язковий)МЕТОДИКА ОЧИЩЕННЯ  
КАЛІЮ ГІДРОФТАЛАТУ ТА НАТРІЮ КАРБОНАТУ**Б.1 Засоби та умови очищення калію гідрофталату:**

Для очищення калію гідрофталату використовують:

- 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;
- стакан, виготовлений 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 або папір фільтрувальний — згідно з чинним нормативним документом.

Умови навколишнього середовища мають відповідати наведеним у 5.1 ДСТУ 7259.

Примітка Б.1. Місткість посуду визначають залежно від кількості реактиву, який очищують.

**Б.2 Методика очищення калію гідрофталату**

**Б.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 ( $\text{K}_2\text{CO}_3$ ) на кожні  $300 \text{ г}$  калію гідрофталату.

**Б.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.

**Б.2.3** Розчин переносять у стакан. Залишки кристалів у колбі з тубусом змивають водою для застосування в лабораторіях. Використовують від  $40 \text{ см}^3$  до  $50 \text{ см}^3$  такої 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  $(20 \pm 5) ^\circ\text{C}$ .

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

**Б.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 Б.2.1—Б.2.4.

**Б.2.6** Переносять отримані кристали у стакан і висушують у сушильній шафі за температури  $(110 \pm 5) ^\circ\text{C}$  упродовж 3 год.

**Б.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  $0,00075 \text{ г}$ .

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

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

### **Б.3 Умови очищення натрію карбонату та допоміжні пристрої, реактиви і матеріали**

Для очищення натрію карбонату використовують такі допоміжні пристрої, реактиви та матеріали:

— шафу нагрівальну з регульованою температурою будь-якого типу, здатну підтримувати температуру  $(120 \pm 5) \text{ }^\circ\text{C}$  та  $(270 \pm 20) \text{ }^\circ\text{C}$ ;

— ваги лабораторні класу точності не нижче ніж середній — згідно з ДСТУ EN 45501;

— термометр із ціною поділки  $1 \text{ }^\circ\text{C}$  — згідно з ГОСТ 28498, для вимірювання температури від  $200 \text{ }^\circ\text{C}$  до  $300 \text{ }^\circ\text{C}$ ;

— баню піщану будь-якого типу;

— тигель платиновий із кришкою — згідно з ГОСТ 6563;

— шпатель платиновий — згідно з ГОСТ 6563;

— ексікатор будь-якого виконання — згідно з ГОСТ 25336;

— колбу Кн-1—500—29/32 — згідно з ГОСТ 25336;

— колбу Кн-1—100—29/32 — згідно з ГОСТ 25336;

— стакани, виготовлені з термостійкого скла, будь-якого типу — згідно з ГОСТ 25336;

— бюретки місткістю  $50 \text{ см}^3$  — згідно з ГОСТ 29252 (ISO 385-2);

— трубку хлоркальцієву — згідно з ГОСТ 25336;

— воду для застосування в лабораторіях, будь-якого класу — згідно з ДСТУ ISO 3696;

— вільну від газів воду, свіжоприготовану — згідно з ДСТУ 7259;

— натрію хлорид — згідно з ГОСТ 4233;

— розчин соляної кислоти з молярною концентрацією  $0,1 \text{ моль/дм}^3$ ;

— розчин соляної кислоти з молярною концентрацією  $0,01 \text{ моль/дм}^3$ ;

— фенолфталеїн — згідно з чинним нормативним документом;

— розчин з масовою часткою фенолфталеїну  $0,1 \%$  в етиловому спирті згідно з ДСТУ 4221;

— метиловий оранжевий — згідно з чинним нормативним документом;

— розчин з масовою часткою метилового оранжевого  $0,1 \%$  у воді для застосування в лабораторіях;

— барію хлорид — згідно з ГОСТ 4108;

— розчин з масовою часткою барію хлориду  $20 \%$  у воді для застосування в лабораторіях;

— поглинач хімічний вапняний — згідно з ГОСТ 6755;

— силікагель — згідно з ГОСТ 3956, прожарений за температури  $(180 \pm 20) \text{ }^\circ\text{C}$  і охолоджений в ексікаторі.

Умови навколишнього середовища мають відповідати наведеним у 5.1 ДСТУ 7259.

Примітка Б.2. Місткість посуду визначають залежно від кількості реактиву, який очищують

Примітка Б.3. Розчини індикаторів готують згідно з ГОСТ 4919 1. Допоміжні реактиви та розчини готують згідно з ГОСТ 4517

### **Б.4 Методика очищення натрію карбонату**

**Б.4.1** Натрію карбонат (далі — реактив) прожарюють за температури від  $270 \text{ }^\circ\text{C}$  до  $300 \text{ }^\circ\text{C}$  до постійної маси в той самий день, у який визначають його молярну концентрацію в титрованому розчині.

**Б.4.2** Потрібну кількість реактиву вміщують у платиновий тигель. Тигель розміщують у піщаній бані так, щоб рівень піску зовні був не нижче рівня реактиву в тиглі. У пісок біля тигля вміщують термометр так, щоб резервуар із ртуттю термометра перебував на рівні реактиву в тиглі. Баню нагрівають до  $250 \text{ }^\circ\text{C}$ , реактив витримують за цієї температури впродовж 4 год. Періодично перемішують препарат платиновим шпателем. Температура бані не повинна перевищувати  $270 \text{ }^\circ\text{C}$ .

Примітка Б.4 Дозволено використовувати тиглі, виготовлені з інших матеріалів, які не взаємодіють з реактивом і є стійкими до дії температури, що не перевищує  $270 \text{ }^\circ\text{C}$ .

Примітка Б.5 Дозволено прожарювати реактив у високотемпературній електричній шафі з регульованою температурою

**Б.4.3** Тигель з реактивом охолоджують до температури  $(20 \pm 5) ^\circ\text{C}$  в ексикаторі, заповненому силікагелем. Охолоджений тигель зважують на платформних вагах з точністю до 0,00075 г.

**Б.4.4** Повторюють прожарювання згідно з Б.4.2 упродовж 1 год. Охолоджують і зважують чашку з речовиною згідно з Б.4.3. Прожарювання повторюють доти, доки різниця між результатами зважувань до висушування і після нього не становитиме 0,00075 г або менше.

**Б.4.5** Для контролювання повноти прожарювання наважку реактиву масою від 0,15 г до 0,25 г розчиняють у  $50 \text{ см}^3$  вільної від газів води. У колбу з розчином додають наважку натрію хлориду від 5 г до 7 г та перемішують розчин до повного розчинення його компонентів. Розчин охолоджують до температури  $0 ^\circ\text{C}$ , додають у колбу три краплі розчину фенолфталеїну. Титрують розчин соляною кислотою з молярною концентрацією  $0,1 \text{ моль/дм}^3$ . Записують результати титрування (величина «а»,  $\text{см}^3$ ). Додають у колбу одну краплю розчину метилового оранжевого і продовжують титрувати до зміни жовтого забарвлення розчину на рожеве. Записують загальну кількість використаного титранту (величина «б»,  $\text{см}^3$ ). Якщо відношення «б»/«а» дорівнює 2, прожарювання вважають закінченим. Якщо відношення «б»/«а» більше ніж 2, прожарювання продовжують.

**Б.4.6** Для визначення масової частки натрію гідроксиду в реактиві у конічну колбу місткістю  $100 \text{ см}^3$  вміщують  $30 \text{ см}^3$  дистильованої води і кип'ятять її упродовж 2 хв. Уміщують у колбу 2 г прожареного реактиву і закорковують її пробкою, в яку вставлено хлоркальцієву трубку з поглиначем хімічним вапняним. Після розчинення препарату додають до гарячого розчину  $25 \text{ см}^3$  розчину барію хлориду і 2—3 краплі розчину фенолфталеїну. Колбу закорковують пробкою, в яку вставлено хлоркальцієву трубку з поглиначем хімічним вапняним, збовтують уміст колби і охолоджують його до температури  $(20 \pm 5) ^\circ\text{C}$ . Якщо розчин стане забарвленим, його титрують за допомогою бюретки розчином соляної кислоти з молярною концентрацією  $0,01 \text{ моль/дм}^3$  до знебарвлення. На титрування має бути витрачено не більше ніж  $1 \text{ см}^3$  розчину соляної кислоти, що відповідає масовій частці натрію гідроксиду 0,02 %.

Якщо масова частка натрію гідроксиду в натрію карбонаті більше ніж 0,02 %, прожарюють нову порцію реактиву, але тривалість прожарювання зменшують.

**Б.4.7** Прожарений натрію карбонат зберігають у щільно закритій тарі, виготовленій з поліолефінів, в ексикаторі над поглиначем хімічним вапняним. Якщо дотримано вимог Б.4.5, Б.4.6, вважають, що масова частка основної речовини в прожареному натрію карбонаті становить  $(100,0 \pm 0,2) \%$ .

ДОДАТОК В  
(довідковий)

## БІБЛІОГРАФІЯ

- 1 ТУ 6-09-02-559–2004 Калий гидрофталат для буферных растворов. Технические условия (Калію гідрофталат для буферних розчинів. Технічні умови)
- 2 ТУ 6-09-2678–77 Бумажные фильтры «синяя лента», обеззоленные (Паперові фільтри «синя стрічка», беззольні)
- 3 ТУ 6-09-5169–84 Метилловый красный водорастворимый, ч. д. а. (Метилловий червоний, водорозчинний, ч. д. а.)
- 4 ТУ 6-09-5171–84 Метилоранж (индикатор) (Метилоранж (індикатор))
- 5 ТУ 6-09-5360–88 Фенолфталеин. Индикатор, чистый для анализа (Фенолфталеїн. Індикатор, чистий для аналізу).

---

Код УКНД 71.040.30

**Ключові слова:** сірчана кислота, соляна кислота, натрію гідроксид, титровані розчини, хімічний аналіз.

---



Редактор О. Ніколаєнко  
Технічний редактор О. Марченко  
Коректор Т. Калита  
Верстальник Т. Неділько

---

Підписано до друку 22.04.2013. Формат 60 × 84 1/8.  
Ум. друк. арк. 1,86. Зам. *602* 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