



НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

Хімічні реактиви

**МЕТОДИ ГОТУВАННЯ РОЗЧИНІВ
ДЛЯ ОКИСЛЮВАЛЬНО-ВІДНОВНОГО
ТИТРУВАННЯ ТА ВИЗНАЧЕННЯ
ЇХНЬОЇ МОЛЯРНОЇ КОНЦЕНТРАЦІЇ**

ДСТУ 7259:2012

Видання офіційне



БЗ № 7—12—2012/23

Київ
МІНЕКОНОМРОЗВИТКУ УКРАЇНИ
2013

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 («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 25794.2–83)

Право власності на цей документ належить державі.
Відтворювати, тиражувати та розповсюджувати його повністю чи 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 йоду та визначання його молярної концентрації	3
5.1 Правила готування титрованого розчину йоду та визначення його молярної концентрації	3
5.2 Засоби вимірювання, допоміжні пристрої, реактиви та матеріали	4
5.3 Методика готування титрованого розчину йоду	4
5.4 Методика визначення молярної концентрації титрованого розчину йоду	5
5.5 Правила опрацювання результатів випробування	5
5.6 Правила оформлення результатів випробування	5
5.7 Правила зберігання та використання титрованого розчину йоду	5
5.8 Збіжність і відтворюваність результатів випробування	5
6 Готування титрованого розчину натрію тіосульфату та визначання його молярної концентрації	6
6.1 Правила готування титрованого розчину натрію тіосульфату та визначення його молярної концентрації	6
6.2 Засоби вимірювання, допоміжні пристрої, реактиви та матеріали	6
6.3 Методика готування титрованого розчину натрію тіосульфату	6
6.4 Методика визначення молярної концентрації титрованого розчину натрію тіосульфату	6
6.5 Правила опрацювання результатів випробування	7
6.6 Правила оформлення результатів випробування	7
6.7 Правила зберігання та використання титрованого розчину натрію тіосульфату	7
6.8 Збіжність і відтворюваність результатів випробування	7
7 Готування титрованого розчину калію двохромовокислого та визначання його молярної концентрації	7
7.1 Правила готування титрованого розчину калію двохромовокислого та визначення його молярної концентрації	7
7.2 Засоби вимірювання, допоміжні пристрої, реактиви та матеріали	8
7.3 Методика готування титрованого розчину калію двохромовокислого	8
7.4 Методика визначення молярної концентрації титрованого розчину калію двохромовокислого	8
7.5 Правила опрацювання результатів випробування	8
7.6 Правила оформлення результатів випробування	9
7.7 Правила зберігання та використання титрованого розчину калію двохромовокислого	9
7.8 Збіжність і відтворюваність результатів випробування	9

8	Готування титрованого розчину калію марганцевокислого та визначання його молярної концентрації	9
8.1	Правила готування титрованого розчину калію марганцевокислого та визначення його молярної концентрації	9
8.2	Засоби вимірювання, допоміжні пристрої, реактиви та матеріали	9
8.3	Методика готування титрованого розчину калію марганцевокислого	10
8.4	Методика визначення молярної концентрації титрованого розчину калію марганцевокислого	10
8.5	Правила опрацювання результатів випробування	10
8.6	Правила оформлення результатів випробування	11
8.7	Правила зберігання та використання титрованого розчину калію марганцевокислого	11
8.8	Збіжність і відтворюваність результатів випробування	11
9	Готування титрованого розчину церію (IV) та визначання його молярної концентрації	11
9.1	Правила готування титрованого розчину церію (IV) та визначення його молярної концентрації	11
9.2	Засоби вимірювання, допоміжні пристрої, реактиви та матеріали	11
9.3	Методика готування титрованого розчину церію (IV)	12
9.4	Методика визначення молярної концентрації титрованого розчину церію (IV)	12
9.5	Правила опрацювання результатів випробування	12
9.6	Правила оформлення результатів випробування	12
9.7	Правила зберігання та використання титрованого розчину церію (IV)	13
9.8	Збіжність і відтворюваність результатів випробування	13
10	Готування титрованого розчину щавлевої кислоти та визначання його молярної концентрації	13
10.1	Правила готування титрованого розчину щавлевої кислоти та визначення його молярної концентрації	13
10.2	Засоби вимірювання, допоміжні пристрої, реактиви та матеріали	13
10.3	Методика готування титрованого розчину щавлевої кислоти	13
10.4	Методика визначення молярної концентрації титрованого розчину щавлевої кислоти	13
10.5	Правила опрацювання результатів випробування	14
10.6	Правила оформлення результатів випробування	14
10.7	Правила зберігання та використання титрованого розчину щавлевої кислоти	14
11	Готування титрованого розчину миш'яку (III) оксиду та визначання його молярної концентрації	14
11.1	Правила готування титрованого розчину миш'яку (III) оксиду та визначення його молярної концентрації	14
11.2	Засоби вимірювання, допоміжні пристрої, реактиви та матеріали	14
11.3	Методика готування титрованого розчину миш'яку (III) оксиду	15
11.4	Правила опрацювання результатів готування титрованого розчину миш'яку (III) оксиду	15
11.5	Правила оформлення результатів готування титрованого розчину миш'яку (III) оксиду	15

11.6	Правила зберігання та використання титрованого розчину миш'яку (III) оксиду.....	15
12	Готування титрованого розчину амоній залізо (II) сульфату та визначання його молярної концентрації.....	15
12.1	Правила готування титрованого розчину амоній залізо (II) сульфату та визначення його молярної концентрації	15
12.2	Засоби вимірювання, допоміжні пристрої, реактиви та матеріали	15
12.3	Методика готування титрованого розчину амоній залізо (II) сульфату	15
12.4	Методика визначення молярної концентрації титрованого розчину амоній залізо (II) сульфату	16
12.5	Правила опрацювання результатів випробування.....	16
12.6	Правила оформлення результатів випробування	16
12.7	Правила зберігання та використання титрованого розчину амоній залізо (II) сульфату	16
Додаток А	Градуювання мірного посуду	17
Додаток Б	Правила готування вільної від газів води	19
Додаток В	Розраховування температурних поправок до значень молярної концентрації компонентів титрованих розчинів	20
Додаток Г	Методика очищення миш'яку (III) оксиду	20
Додаток Д	Бібліографія	21

НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

ХІМІЧНІ РЕАКТИВИ

**МЕТОДИ ГОТУВАННЯ РОЗЧИНІВ
ДЛЯ ОКИСЛЮВАЛЬНО-ВІДНОВНОГО ТИТРУВАННЯ
ТА ВИЗНАЧЕННЯ ЇХНЬОЇ МОЛЯРНОЇ КОНЦЕНТРАЦІЇ**

ХИМИЧЕСКИЕ РЕАКТИВЫ

**МЕТОДЫ ПРИГОТОВЛЕНИЯ РАСТВОРОВ
ДЛЯ ОКИСЛИТЕЛЬНО-ВОССТАНОВИТЕЛЬНОГО ТИТРОВАНИЯ
И ОПРЕДЕЛЕНИЯ ИХ МОЛЯРНОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ**

CHEMICAL REAGENTS

**METHODS OF PREPARATION OF SOLUTIONS
FOR REDOX 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 окислювально-відновного титрування:

- розчину йоду з молярною концентрацією 0,05 моль/дм³;
- розчину натрію тіосульфату з молярною концентрацією 0,1 моль/дм³;
- розчину калію дихромовокислого з молярною концентрацією 0,017 моль/дм³;
- розчину калію марганцевокислого з молярною концентрацією 0,02 моль/дм³;
- розчину церію (IV) сульфату з молярною концентрацією 0,1 моль/дм³;
- розчину амоній залізо (II) сульфату з молярною концентрацією 0,1 моль/дм³;
- розчину щавлевої кислоти з молярною концентрацією 0,05 моль/дм³;
- розчину миш'яку (III) оксиду з молярною концентрацією 0,025 моль/дм³.

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 особливі чисті речовини. Позначення та методи визначення чистоти.

Терміни та визначення

ДСТУ 4221:2003 Спирт етиловий ректифікований. Технічні умови

ДСТУ ГОСТ 9293:2009 (ИСО 2435–73) Азот газообразный и жидкий. Технические условия (Азот газоподібний та рідкий. Технічні вимоги) (ГОСТ 9293–74 (ИСО 2435–73), IDT)

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)

Видання офіційне

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. Натрій вуглекислий. 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 1973–77 Ангидрид мышьяковистый. Технические условия (Ангідрид миш'яковистий. Технічні умови)

ГОСТ 2603–79 Ацетон. Технические условия (Ацетон. Технічні умови)

ГОСТ 3118–77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия (Реактивы. Кислота соляна. Технічні умови)

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

ГОСТ 4148–78 Реактивы. Железо (II) сернокислое 7-водное. Технические условия (Реактивы. Залізо (II) сірчанокисле 7-водне. Технічні умови)

ГОСТ 4159–79 Реактивы. Йод. Технические условия (Реактивы. Йод. Технічні умови)

ГОСТ 4201–79 Реактивы. Натрий углекислый кислый. Технические условия (Реактивы. Натрій вуглекислий кислий. Технічні умови)

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

ГОСТ 4208–72 Реактивы. Соль закиси железа и аммония двойная сернокислая (соль Мора). Технические условия (Реактивы. Сіль закису заліза й амонію подвійна сірчанокисла (сіль Мора). Технічні умови)

ГОСТ 4220–75 Реактивы. Калий двухромовокислый. Технические условия (Реактивы. Калій двохромовокислий. Технічні умови)

ГОСТ 4232–74 Реактивы. Калий йодистый. Технические условия (Реактивы. Калію йодид. Технічні умови)

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

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

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

ГОСТ 5839–77 Реактивы. Натрий щавелевокислый. Технические условия (Реактивы. Натрій щавелевокислий. Технічні умови)

ГОСТ 6552–80 Реактивы. Кислота ортофосфорная. Технические условия (Реактивы. Кислота ортофосфорна. Технічні умови)

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 7837–76 Дробь охотничья, спортивная и картечь. Технические условия (Дріб мисливський, спортивний і картеч. Технічні умови)

ГОСТ 10163–76 Реактивы. Крахмал растворимый. Технические условия (Реактивы. Крохмаль розчинний. Технічні умови)

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

ГОСТ 20490–75 Реактивы. Калий марганцовокислый. Технические условия (Реактивы. Калій марганцевокислий. 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 27068–86 (СТ СЭВ 223–85) Реактивы. Натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный. Технические условия (Реактиви. Натрій серноватистокислий (натрію тиосульфат) 5-водний. 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**; а також у ДСТУ 2216: **хімічний реактив, хімічно чистий (реактив), чистий для аналізу (реактив), особливо чиста речовина**.

Нижче подано термін, вжитий у цьому стандарті, та визначення позначеного ним поняття.

3.1 вільна від газів вода

Вода для застосування в лабораторіях згідно з ДСТУ ISO 3696, яку прокип'ятили для видалення розчинених газів і яку зберігають в умовах, що запобігають поглинанню газів водою.

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 ЙОДУ ТА ВИЗНАЧАННЯ ЙОГО МОЛЯРНОЇ КОНЦЕНТРАЦІЇ

5.1 Правила готування титрованого розчину йоду та визначення його молярної концентрації

5.1.1 Якщо в методиці готування титрованого розчину (далі — розчин) наведено конкретне значення маси реактиву, то отримане її значення не повинно відрізнятися від поданого більше ніж на $\pm 5\%$ і похибка визначення маси має бути не більше ніж $0,1\%$ від отриманого значення маси.

5.1.2 Засоби вимірювання мають бути повіреними або відкаліброваними в установленому порядку. Мірний скляний посуд (мірні колби, бюретки та піпетки), який використовують під час готування розчинів та визначання їхньої молярної концентрації, градуують згідно з додатком А принаймні один раз на рік.

5.1.3 Для готування розчинів з іншими концентраціями компонентів, ніж та, що зазначена в цьому стандарті, використовують таку саму процедуру готування та визначання молярної концентрації, але масу наважок та об'єм реагентів пропорційно змінюють.

5.1.4 Для перемішування розчинів використовують мішалки. Частини мішалок, які контактують з розчинами, має бути виготовлено з матеріалів, які не реагують з розчинами.

5.1.5 Для готування розчинів використовують реактиви кваліфікацій «хімічно чистий» (далі — х. ч.) або «чистий для аналізу» (далі — ч. д. а.).

5.1.6 Дозволено використовувати тиглі, виготовлені з іншого, ніж платина, матеріалу, який не взаємодіє з речовинами за температури прожарювання і є стійким до впливу такої температури.

5.1.7 Вільну від газів воду готують згідно з додатком Б.

5.1.8 Готують розчини та визначають їхню молярну концентрацію за таких умов:

- температура навколишнього середовища від 15 °С до 25 °С;
- відносна вологість повітря до 80 %;
- атмосферний тиск від 84 кПа до 106 кПа.

5.1.9 Розчини індикаторів готують згідно з ГОСТ 4919.1. Допоміжні реактиви та розчини готують згідно з ГОСТ 4517.

5.1.10 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 В.

5.2 Засоби вимірювання, допоміжні пристрої, реактиви та матеріали

Для готування титрованого розчину йоду 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** класу точності не нижче ніж середній — згідно з ДСТУ EN 45501;
- **бюретку** місткістю 50 см^3 — згідно з ГОСТ 29252 (ИСО 385-2);
- **термометр** із ціною поділки $0,1 ^\circ\text{C}$ — згідно з ГОСТ 28498, для вимірювання температури від $0 ^\circ\text{C}$ до $50 ^\circ\text{C}$;
- **стакан** будь-якого типу та виконання, місткістю 800 см^3 — згідно з ГОСТ 25336;
- **лійку** типу ВФ-1 (ПОР 100) або ВФ-2 (ПОР 100) — згідно з ГОСТ 25336;
- **колбу Кн-1—500—29/32** — згідно з ГОСТ 25336;
- **колбу 2—1000—1** — згідно з ГОСТ 1770;
- **тигель платиновий** з кришкою — згідно з ГОСТ 6563;
- **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;
- **силікагель** — згідно з ГОСТ 3956, прожарений за температури $(180 \pm 20) ^\circ\text{C}$ і охолоджений в ексикаторі;
- **йод** — згідно з ГОСТ 4159;
- **калію йодид** — згідно з ГОСТ 4232;
- **натрію гідроксид** — згідно з ГОСТ 4328;
- **розчин з масовою часткою натрію гідроксиду 40 г/дм^3** у воді, вільній від газів;
- **натрій вуглекислий кислий** — згідно з ГОСТ 4201;
- **миш'яку (III) оксид** — згідно з ГОСТ 1973;
- **сірчану кислоту** — згідно з ГОСТ 4204;
- **водний розчин сірчаної кислоти**, приготований змішуванням сірчаної кислоти і води для застосування в лабораторіях у співвідношенні 1 : 35;
- **крохмаль водорозчинний** — згідно з ГОСТ 10163;
- **розчин з масовою часткою крохмалю водорозчинного 0,5 %** у воді для застосування в лабораторіях;
- **натрій серноватисто-кислий 5-водний** — згідно з ГОСТ 27068;
- **титрований розчин натрію тіосульфату** з молярною концентрацією $0,1 \text{ моль/дм}^3$ — згідно з розділом 6.

Примітка 1. Миш'яку (III) оксид очищують згідно з додатком Г.

Примітка 2. Молярну концентрацію розчину натрію тіосульфату 5-водного визначають згідно з розділом 6.

5.3 Методика готування титрованого розчину йоду

Зважують 12,7 г йоду та 60 г калію йодиду і змішують ці речовини в стакан. Додають 30 см^3 води для застосування в лабораторіях (далі — вода). Розчин перемішують до повного розчинення йоду та калію йодиду. Додають 470 см^3 води. За допомогою лійки фільтрують розчин. Промивають лійку 15 см^3 води. Фільтрат і промивну воду переносять у мірну колбу. Об'єм розчину в колбі доводять до позначки водою та перемішують розчин.

5.4 Методика визначення молярної концентрації титрованого розчину йоду

5.4.1 У платиновий тигель вміщують 1 г миш'яку (III) оксиду. Висушують миш'яку (III) оксид за температури (105 ± 5) °С упродовж 1 год. Охолоджують тигель з миш'яку (III) оксидом до температури (20 ± 5) °С в ексікаторі, заповненому силікагелем.

5.4.2 Зважують $(0,20 \pm 0,01)$ г висушеного миш'яку (III) оксиду і переносять реактив у конічну колбу. Додають у колбу 10 см^3 розчину натрію гідроксиду. Після повного розчинення миш'яку (III) оксиду в колбу додають 100 см^3 води і 10 см^3 розчину сірчаної кислоти. Перемішуючи, повільно додають у колбу натрій вуглекислий кислий до припинення виділення бульбашок вуглекислого газу. Після цього додають ще 2 г натрію вуглекислого кислого. Перемішують уміст колби до повного розчинення натрію вуглекислого кислого.

5.4.3 Додають у колбу 2 см^3 розчину крохмалю. За допомогою бюретки титрують розчин у колбі розчином йоду до утворення стійкого синього кольору.

Записують об'єм розчину йоду, використаного під час випробовування.

5.5 Правила опрацювання результатів випробування

Молярну концентрацію розчину йоду c_{I_2} у молях на кубічний дециметр обчислюють за формулою (1):

$$c_{I_2} = \frac{10,10918 \cdot m_{As_2O_3}}{V_{I_2}}, \quad (1)$$

де $m_{As_2O_3}$ — маса миш'яку (III) оксиду, використаного під час випробовування, г;

V_{I_2} — об'єм розчину йоду, використаного під час випробовування, см^3 ;

10,10918 — величина співвідношення між кількістю кубічних сантиметрів в 1 дм^3 та кількістю грамів, що відповідають 1 молю миш'яку (III) оксиду, $\text{см}^3 \cdot \text{моль}/(\text{дм}^3 \cdot \text{г})$.

5.6 Правила оформлення результатів випробування

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

5.7 Правила зберігання та використання титрованого розчину йоду

5.7.1 Розчин зберігають у пляшці з темного скла, закритій скляною пробкою, у прохолодному місці. Під час видалення розчину з посудини потрібно уникати 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), шавлевою кислотою згідно з ГОСТ 22180 та безводним хлоридом кальцію згідно з ГОСТ 450 (розмір частинок від 2 мм до 5 мм).

5.7.2 Молярну концентрацію титрованого розчину йоду визначають один раз на десять діб.

Примітка 3. Якщо для виготовлення титрованого розчину використовують 25 г йодиду калію, молярну концентрацію визначають один раз на дві доби.

5.7.3 Якщо титрований 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 отриманого значення концентрації розчину вносять поправку відповідно до додатка В.

5.8 Збіжність і відтворюваність результатів випробування

5.8.1 Характеристики збіжності

Різниця між результатами вимірювання молярної концентрації розчину йоду з номінальним значенням $0,05 \text{ моль}/\text{дм}^3$, отриманими одним виконавцем у тій самій лабораторії в один день, із ймовірністю 95 % не перевищує $0,0004 \text{ моль}/\text{дм}^3$. Експериментальний середній квадратичний відхил (далі — СКВ) результатів такого вимірювання становить $0,0002 \text{ моль}/\text{дм}^3$ за кількості ступенів свободи 32.

Різниця між результатами вимірювання, розрахованими як середнє арифметичне значення результатів двох послідовних визначень молярної концентрації розчину йоду з номінальним значенням

0,05 моль/дм³, отриманими одним виконавцем у тій самій лабораторії в різні дні, із ймовірністю 95 % не перевищує 0,0008 моль/дм³. Експериментальний СКВ результатів такого вимірювання становить 0,0002 моль/дм³ за кількості ступенів свободи 16.

5.8.2 Характеристики відтворюваності

Різниця між результатами вимірювання, розрахованими як середнє арифметичне значення результатів двох послідовних визначень молярної концентрації розчину йоду з номінальним значенням 0,05 моль/дм³, отриманими різними виконавцями в різних лабораторіях, із ймовірністю 95 % не перевищує 0,0003 моль/дм³. Експериментальний СКВ результатів такого вимірювання становить 0,0001 моль/дм³ за кількості ступенів свободи 15.

6 ГОТУВАННЯ ТИТРОВАНОГО РОЗЧИНУ НАТРІЮ ТІОСУЛЬФАТУ ТА ВИЗНАЧЕННЯ ЙОГО МОЛЯРНОЇ КОНЦЕНТРАЦІЇ

6.1 Правила готування титрованого розчину натрію тіосульфату та визначення його молярної концентрації

Готують титрований розчин натрію тіосульфату та визначають його молярну концентрацію, дотримуючись правил, наведених у 5.1.

6.2 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 (120 ± 5) °C та (180 ± 20) °C;
- ваги лабораторні класу точності не нижче ніж середній — згідно з ДСТУ EN 45501;
- термометр із ціною поділки 0,1 °C — згідно з ГОСТ 28498, для вимірювання температури від 0 °C до 50 °C;
- тигель платиновий — згідно з ГОСТ 6563;
- бюретку місткістю 50 см³ — згідно з ГОСТ 29252 (ИСО 385-2);
- колбу Кн-1—500—29/32 — згідно з ГОСТ 25336;
- колбу 2—1000—1 — згідно з ГОСТ 1770;
- ексикатор будь-якого типу;
- силікагель — згідно з ГОСТ 3956, прожарений за температури (180 ± 20) °C і охолоджений в ексикаторі;
- калію йодид — згідно з ГОСТ 4232;
- натрій вуглекислий кислий — згідно з ГОСТ 4201;
- воду будь-якого класу — згідно з ДСТУ ISO 3696;
- вільну від газів воду, свіжоприготовану — згідно з додатком Б;
- соляну кислоту — згідно з ГОСТ 3118;
- крохмаль водорозчинний — згідно з ГОСТ 10163;
- розчин з масовою часткою крохмалю 0,5 %, водорозчинного у воді;
- натрію тіосульфат 5-водний — згідно з ГОСТ 27068;
- натрій вуглекислий — згідно з ГОСТ 83;
- калій двохромовокислий — згідно з ГОСТ 4220, перекристалізований.

Примітка 4. Калій двохромовокислий двічі перекристалізують з водного розчину. Розчинність калію двохромовокислого у воді за температури 20 °C становить 12,3 г на 100 см³ води, за температури 100 °C — 103 г на 100 см³ води.

6.3 Методика готування титрованого розчину натрію тіосульфату

У мірну колбу вміщують 25 г натрію тіосульфату 5-водного і додають 500 см³ вільної від газів води. Додають у колбу 0,11 г натрію вуглекислого кислого і доводять об'єм розчину в колбі до позначки вільною від газів водою. Дають розчину відстоятись упродовж доби.

6.4 Методика визначення молярної концентрації титрованого розчину натрію тіосульфату

6.4.1 У платиновий тигель вміщують 2 г двічі перекристалізованого калію двохромовокислого. Висушують калій двохромовокислий за температури (120 ± 5) °C упродовж 4 год. Охолоджують тигель з висушеним калієм двохромовокислим до температури (20 ± 5) °C в ексикаторі з силікагелем.

6.4.2 Зважують $(0,21 \pm 0,01)$ г висушеного біхромату калію і переносять речовину в конічну колбу. Додають у колбу 100 см^3 води, колбу закорковують скляною пробкою та перемішують уміст колби до повного розчинення калію двохромовокислого. Відкривають кришку і швидко вносять у колбу 3 г йодиду калію, 2 г натрію вуглекислого кислого і 5 см^3 соляної кислоти. Колбу відразу закорковують та перемішують її вміст до повного розчинення доданих речовин. Дають розчину в колбі відстоятися в темному місці упродовж 10 хв.

6.4.3 Обмивають пробку, внутрішні поверхні шліфа та колби водою. За допомогою бюретки титрують уміст колби розчином натрію тіосульфату до переходу бурого забарвлення рідини в жовтувато-зелене. Додають 2 см^3 розчину крохмалю і продовжують титрувати до зникнення синього кольору.

Записують об'єм розчину натрію тіосульфату, використаного під час випробовування.

6.5 Правила опрацювання результатів випробування

Молярну концентрацію розчину натрію тіосульфату $c_{\text{Na}_2\text{Tio}}$ у молях на кубічний дециметр обчислюють за формулою (2):

$$c_{\text{Na}_2\text{Tio}} = \frac{20,396 \cdot m_{\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7}}{V_{\text{Na}_2\text{Tio}}}, \quad (2)$$

де $m_{\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7}$ — маса калію двохромовокислого, використаного під час випробовування г;

$V_{\text{Na}_2\text{Tio}}$ — об'єм розчину натрію тіосульфату, використаного під час випробовування, см^3 ;

20,396 — величина співвідношення між кількістю кубічних сантиметрів у 6 дм^3 та кількістю грамів, що відповідають 1 молю калію двохромовокислого, $\text{см}^3 \cdot \text{моль}/(\text{дм}^3 \cdot \text{г})$.

6.6 Правила оформлення результатів випробування

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

6.7 Правила зберігання та використання титрованого розчину натрію тіосульфату

Титрований розчин натрію тіосульфату зберігають і використовують згідно з 5.7. Молярну концентрацію титрованого розчину визначають один раз на тиждень.

6.8 Збіжність і відтворюваність результатів випробування

6.8.1 Характеристики збіжності

Різниця між результатами вимірювання молярної концентрації розчину натрію тіосульфату з номінальним значенням $0,1 \text{ моль}/\text{дм}^3$, отриманими одним виконавцем у тій самій лабораторії в один день, із ймовірністю 95 % не перевищує $0,0003 \text{ моль}/\text{дм}^3$. Експериментальний СКВ результатів такого вимірювання становить $0,0001 \text{ моль}/\text{дм}^3$ за кількості ступенів свободи 32.

Різниця між результатами вимірювання, розрахованими як середнє арифметичне значення результатів двох послідовних визначень молярної концентрації розчину натрію тіосульфату з номінальним значенням $0,1 \text{ моль}/\text{дм}^3$, отриманими одним виконавцем у тій самій лабораторії в різні дні, із ймовірністю 95 % не перевищує $0,0004 \text{ моль}/\text{дм}^3$. Експериментальний СКВ результатів такого вимірювання становить $0,00014 \text{ моль}/\text{дм}^3$ за кількості ступенів свободи 16.

6.8.2 Характеристики відтворюваності

Різниця між результатами вимірювання, розрахованими як середнє арифметичне значення результатів двох послідовних визначень молярної концентрації розчину натрію тіосульфату з номінальним значенням $0,1 \text{ моль}/\text{дм}^3$, отриманими різними виконавцями в різних лабораторіях, із ймовірністю 95 % не перевищує $0,0007 \text{ моль}/\text{дм}^3$. Експериментальний СКВ результатів такого вимірювання становить $0,0003 \text{ моль}/\text{дм}^3$ за кількості ступенів свободи 15.

7 ГОТУВАННЯ ТИТРОВАНОГО РОЗЧИНУ КАЛІЮ ДВОХРОМОВОКИСЛОГО ТА ВИЗНАЧАННЯ ЙОГО МОЛЯРНОЇ КОНЦЕНТРАЦІЇ

7.1 Правила готування титрованого розчину калію двохромовокислого та визначення його молярної концентрації

Готують титрований розчин калію двохромовокислого та визначають його молярну концентрацію, дотримуючись правил, наведених у 5.1.

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 $(120 \pm 5)^\circ\text{C}$ 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°C до 50°C ;
- тигель платиновий — згідно з ГОСТ 6563;
- бюретку місткістю 50 см^3 — згідно з ГОСТ 29252 (ИСО 385-2);
- колбу Кн-1—250—29/32 — згідно з ГОСТ 25336;
- колбу 2—1000—1 — згідно з ГОСТ 1770;
- ексикатор будь-якого типу;
- силікагель — згідно з ГОСТ 3956, прожарений за температури $(180 \pm 20)^\circ\text{C}$ і охолоджений в ексикаторі;
- калію йодид — згідно з ГОСТ 4232;
- натрій вуглекислий кислий — згідно з ГОСТ 4201;
- воду будь-якого класу — згідно з ДСТУ ISO 3696;
- соляну кислоту — згідно з ГОСТ 3118;
- крохмаль водорозчинний — згідно з ГОСТ 10163;
- розчин з масовою часткою крохмалю $0,5\%$, водорозчинного у воді;
- натрію тіосульфат 5-водний — згідно з ГОСТ 27068;
- титрований розчин натрію тіосульфату з молярною концентрацією $0,1\text{ моль/дм}^3$ — згідно з розділом 6;
- калій двохромовокислий — згідно з ГОСТ 4220, двічі перекристалізований з води згідно з приміткою 4 до розділу 6.

7.3 Методика готування титрованого розчину калію двохромовокислого

7.3.1 У платиновий тигель вміщують 6 г калію двохромовокислого та висушують реактив за температури 120°C упродовж 4 год. Охолоджують тигель з висушеним калієм двохромовокислим до температури $(20 \pm 5)^\circ\text{C}$ в ексикаторі з силікагелем.

7.3.2 Зважують 4,9 г висушеного калію двохромовокислого і переносять речовину в конічну колбу місткістю 1 дм^3 . Додають у колбу 100 см^3 води, перемішують уміст колби до повного розчинення калію двохромовокислого. Доводять об'єм розчину в колбі до позначки дистильованою водою.

7.4 Методика визначення молярної концентрації титрованого розчину калію двохромовокислого

7.4.1 У конічну колбу наливають 40 см^3 води. За допомогою бюретки додають у колбу приблизно 40 см^3 розчину калію двохромовокислого. Колбу закорковують і перемішують її вміст. Відкривають пробку і швидко вносять у колбу 3 г калію йодиду, 2 г натрію вуглекислого кислого і 5 см^3 соляної кислоти. Колбу відразу закорковують та перемішують її вміст до повного розчинення доданих реактивів. Витримують колбу в темному місці упродовж 10 хв. Записують об'єм розчину калію двохромовокислого, використаного під час випробовування.

7.4.2 Обмивають пробку, внутрішні поверхні шліфа та колби водою. Титрують уміст колби розчином натрію тіосульфату згідно з 6.4.3.

Записують об'єм розчину натрію тіосульфату, використаного під час випробовування.

7.5 Правила опрацювання результатів випробовування

Молярну концентрацію розчину калію двохромовокислого $c_{\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7}$ у молях на кубічний дециметр обчислюють за формулою (3):

$$c_{\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7} = \frac{c_{\text{Na}_2\text{Tio}} \cdot V_{\text{Na}_2\text{Tio}}}{6 \cdot V_{\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7}}, \quad (3)$$

де $c_{\text{Na}_2\text{Tio}}$ — концентрація розчину натрію тіосульфату, моль/дм³;

- $V_{\text{Na}_2\text{TiO}}$ — об'єм розчину натрію тіосульфату, використаного під час випробовування, см^3 ;
 6 — кількість молів тіосульфату натрію, які реагують з йодом, що утворюється під час взаємодії 1 моля калію двохромовоокислого з надлишком йодиду калію;
 $V_{\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7}$ — об'єм розчину калію двохромовоокислого, використаного під час випробовування, см^3 .

7.6 Правила оформлення результатів випробування

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

7.7 Правила зберігання та використання титрованого розчину калію двохромовоокислого

Титрований розчин калію двохромовоокислого зберігають і використовують згідно з 5.7. Молярну концентрацію титрованого розчину визначають один раз на місяць.

7.8 Збіжність і відтворюваність результатів випробування

7.8.1 Характеристики збіжності

Різниця між результатами вимірювання молярної концентрації розчину калію двохромовоокислого з номінальним значенням $0,017 \text{ моль/дм}^3$, отриманими одним виконавцем у тій самій лабораторії в один день, із ймовірністю 95 % не перевищує $0,00003 \text{ моль/дм}^3$. Експериментальний СКВ результатів такого вимірювання становить $0,00001 \text{ моль/дм}^3$ за кількості ступенів свободи 28.

Різниця між результатами вимірювання, розрахованими як середнє арифметичне значення результатів двох послідовних визначень молярної концентрації калію двохромовоокислого з номінальним значенням $0,017 \text{ моль/дм}^3$, отриманими одним виконавцем у тій самій лабораторії в різні дні, із ймовірністю 95 % не перевищує $0,0003 \text{ моль/дм}^3$. Експериментальний СКВ результатів такого вимірювання становить $0,00001 \text{ моль/дм}^3$ 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 калію двохромовоокислого з номінальним значенням $0,017 \text{ моль/дм}^3$, отриманими різними виконавцями в різних лабораторіях, із ймовірністю 95 % не перевищує $0,00004 \text{ моль/дм}^3$. Експериментальний СКВ результатів такого вимірювання становить $0,00002 \text{ моль/дм}^3$ за кількості ступенів свободи 13.

8 ГОТУВАННЯ ТИТРОВАНОГО РОЗЧИНУ КАЛІЮ МАРГАНЦЕВОКИСЛОГО ТА ВИЗНАЧАННЯ ЙОГО МОЛЯРНОЇ КОНЦЕНТРАЦІЇ

8.1 Правила готування титрованого розчину калію марганцевоокислого та визначення його молярної концентрації

Готують титрований розчин калію марганцевоокислого та визначають його молярну концентрацію, дотримуючись правил, наведених у 5.1.

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:

- шафу сушильну будь-якого типу, здатну підтримувати температуру $(105 \pm 5) \text{ }^\circ\text{C}$ та $(180 \pm 20) \text{ }^\circ\text{C}$;
- ваги лабораторні класу точності не нижче ніж середній — згідно з ДСТУ EN 45501;
- термометр із ціною поділки $0,1 \text{ }^\circ\text{C}$ — згідно з ГОСТ 28498, для вимірювання температури від $0 \text{ }^\circ\text{C}$ до $50 \text{ }^\circ\text{C}$;
- тигель платиновий — згідно з ГОСТ 6563;
- бюретку місткістю 50 см^3 — згідно з ГОСТ 29252 (ИСО 835-2);
- лійку типу ВФ-1 (ПОР 100) або ВФ-2 (ПОР 100) — згідно з ГОСТ 25336;
- колбу Кн-1—500—29/32 — згідно з ГОСТ 25336;
- колбу 2—1000—1 — згідно з ГОСТ 1770;
- ексикатор будь-якого типу;
- силікагель — згідно з ГОСТ 3956, прожарений за температури $(180 \pm 20) \text{ }^\circ\text{C}$ і охолоджений в ексикатор;
- воду будь-якого класу — згідно з ДСТУ ISO 3696;

- сірчану кислоту — згідно з ГОСТ 4204;
- водний розчин сірчаної кислоти, приготований змішуванням сірчаної кислоти та води у співвідношенні 1 : 19;
- калій марганцевокислий — згідно з ГОСТ 20490;
- натрій щавлевокислий — згідно з ГОСТ 5839, перекристалізований.

Примітка 5. Натрій щавлевокислий двічі перекристалізують з водного розчину. Розчинність натрію щавлевокислого у воді за температури 20 °С становить 3,41 г на 100 см³ води, за температури 100 °С — 6,5 г на 100 см³ води.

8.3 Методика готування титрованого розчину калію марганцевокислого

У мірну колбу вміщують 3,2 г калію марганцевокислого та 100 см³ води. Перемішують уміст колби до розчинення калію марганцевокислого, заповнюють колбу водою до позначки та ретельно перемішують її вміст. Дають розчину відстоятися в темному місці упродовж двох тижнів. Фільтрують розчин через лійку, не промиваючи фільтр.

8.4 Методика визначення молярної концентрації титрованого розчину калію марганцевокислого

8.4.1 У платиновий тигель вміщують 2 г перекристалізованого натрію щавлевокислого. Висушують натрій щавлевокислий за температури (105 ± 5) °С упродовж 1 год. Охолоджують тигель з висушеним натрієм щавлевокислим до температури (20 ± 5) °С в ексікаторі з силікагелем.

8.4.2 Зважують (0,30 ± 0,01) г висушеного натрію щавлевокислого і вміщують речовину в конічну колбу. Додають у колбу 250 см³ водного розчину сірчаної кислоти, який безпосередньо перед цим кип'ятять 10—15 хв і охолоджують до температури (27 ± 3) °С. За допомогою бюретки додають у колбу 39 см³ розчину калію марганцевокислого зі швидкістю (30 ± 5) см³/хв, повільно перемішуючи. Витримують розчин упродовж приблизно 45 с до зникнення рожевого забарвлення.

Примітка 6. Якщо упродовж 45 с після додавання 39 см³ розчину калію марганцевокислого рожеве забарвлення не зникає, аналізують повторно. Використовують нову порцію висушеного натрію щавлевокислого та меншу кількість розчину перманганату калію.

Нагрівають розчин до температури (60 ± 0,5) °С. По краплях додають розчин калію марганцевокислого. Поки не зникне рожеве забарвлення після додавання попередньої краплі, наступну краплю не додають. Титрування закінчують, якщо після додавання однієї краплі розчину калію марганцевокислого забарвлення не зникає упродовж 30 с.

Записують об'єм розчину калію марганцевокислого, використаного під час випробовування.

8.4.3 Виконують контрольний дослід, використовуючи 250 см³ водного розчину сірчаної кислоти, який безпосередньо перед цим кип'ятять 10—15 хв і охолоджують до температури (27 ± 3) °С. По краплях додають розчин калію марганцевокислого. Поки не зникне рожеве забарвлення після додавання попередньої краплі, наступну краплю не додають. Титрування закінчують, якщо після додавання однієї краплі розчину калію марганцевокислого забарвлення не зникає упродовж 30 с.

Записують об'єм розчину калію марганцевокислого, використаного під час виконання контрольного дослід.

Примітка 7. Під час виконання контрольного дослід зазвичай витрачають від 0,03 см³ до 0,05 см³ розчину калію марганцевокислого.

8.5 Правила опрацювання результатів випробування

Молярну концентрацію розчину калію марганцевокислого c_{KMnO_4} у молях на кубічний дециметр обчислюють за формулою (4):

$$c_{\text{KMnO}_4} = \frac{2,98463 \cdot m_{\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4}}{(V_{\text{KMnO}_4} - c_{\text{KMnO}_4}^{\text{хол}})}, \quad (4)$$

де $m_{\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4}$ — маса натрію щавлевокислого, використаного під час випробовування, г;

V_{KMnO_4} — об'єм розчину калію перманганату, використаного під час випробовування, см³;

$c_{\text{KMnO}_4}^{\text{хол}}$ — об'єм розчину калію перманганату, використаного під час виконання контрольного дослід, см³;

2,98463 — величина співвідношення між кількістю сантиметрів кубічних в 1 дм³ та кількістю грамів, що відповідають 0,4 моля натрію щавлевокислого, 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 та використання титрованого розчину калію марганцевокислого

Титрований розчин калію марганцевокислого зберігають і використовують згідно з 5.7. Молярну концентрацію титрованого розчину визначають один раз на тиждень. Під час зберігання та використання не допускають контакту розчину з папером, гумою або іншими органічними матеріалами.

8.8 Збіжність і відтворюваність результатів випробування

8.8.1 Характеристики збіжності

Різниця між результатами вимірювання молярної концентрації розчину калію марганцевокислого з номінальним значенням 0,02 моль/дм³, отриманими одним виконавцем у тій самій лабораторії в один день, із ймовірністю 95 % не перевищує 0,00004 моль/дм³. Експериментальний СКВ результатів такого вимірювання становить 0,00002 моль/дм³ за кількості ступенів свободи 16.

Різниця між результатами вимірювання, розрахованими як середнє арифметичне значення результатів двох послідовних визначень молярної концентрації калію марганцевокислого з номінальним значенням 0,02 моль/дм³, отриманими одним виконавцем у тій самій лабораторії в різні дні, із ймовірністю 95 % не перевищує 0,00004 моль/дм³. Експериментальний СКВ результатів такого вимірювання становить 0,00002 моль/дм³ за кількості ступенів свободи 16.

8.8.2 Характеристики відтворюваності

Різниця між результатами вимірювання, розрахованими як середнє арифметичне значення результатів двох послідовних визначень молярної концентрації калію двохромовокислого з номінальним значенням 0,02 моль/дм³, отриманими різними виконавцями в різних лабораторіях, із ймовірністю 95 % не перевищує 0,0001 моль/дм³. Експериментальний СКВ результатів такого вимірювання становить 0,00004 моль/дм³ за кількості ступенів свободи 15.

9 ГОТУВАННЯ ТИТРОВАНОГО РОЗЧИНУ ЦЕРІЮ (IV) ТА ВИЗНАЧАННЯ ЙОГО МОЛЯРНОЇ КОНЦЕНТРАЦІЇ

9.1 Правила готування титрованого розчину церію (IV) та визначення його молярної концентрації

Готують титрований розчин церію (IV) та визначають його молярну концентрацію, дотримуючись правил, наведених у 5.1.

9.2 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) °C та (180 ± 20) °C;
- ваги лабораторні класу точності не нижче ніж середній — згідно з ДСТУ EN 45501;
- термометр із ціною поділки 0,1 °C — згідно з ГОСТ 28498, для вимірювання температури від 0 °C до 50 °C;
- тигель платиновий — згідно з ГОСТ 6563;
- стакан місткістю 2000 см³, виготовлений з термостійкого скла, будь-якого типу — згідно з ГОСТ 25336;
- бюретку місткістю 50 см³ — згідно з ГОСТ 29252 (ИСО 385-2);
- лійку типу ВФ-1 (ПОР 100) або ВФ-2 (ПОР 100) — згідно з ГОСТ 25336;
- колбу Кн-1—500—29/32 — згідно з ГОСТ 25336;
- колбу 2—1000—1 — згідно з ГОСТ 1770;
- ексикатор будь-якого типу;
- силікагель — згідно з ГОСТ 3956, прожарений за температури (180 ± 20) °C і охолоджений в ексикаторі;
- воду будь-якого класу — згідно з ДСТУ ISO 3696;
- сірчану кислоту — згідно з ГОСТ 4204;
- водний розчин сірчаної кислоти, приготований змішуванням сірчаної кислоти і води у співвідношенні 1 : 1;

- натрію гідроксид — згідно з ГОСТ 4328;
- водний розчин, що містить 8 г натрію гідроксиду в 100 см³ розчину;
- миш'яку (III) оксид — згідно з ГОСТ 1973, очищений згідно з додатком Г;
- осмію (VIII) оксид — згідно з чинним нормативним документом;
- розчин осмію (VIII) оксиду з молярною концентрацією 0,01 моль/дм³;
- 1,10-фенантролін — згідно з чинним нормативним документом;
- заліза (II) сульфат — згідно з ГОСТ 4148;
- розчин 1,10-фенантролінового феросульфатного індикатору;
- амоній церій (IV) нітрат — згідно з чинним нормативним документом.

Примітка 8. Розчин осмію (VIII) оксиду з концентрацією 0,01 моль/дм³ готують розчиненням 0,25 г осмію (VIII) оксиду в 100 см³ розчину сірчаної кислоти з молярною концентрацією 0,05 моль/дм³.

Примітка 9. Розчин 1,10-фенантролінового феросульфатного індикатору готують розчиненням 1,485 г 1,10-фенантроліну в 100 см³ водного розчину сульфату заліза (II) з молярною концентрацією 0,025 моль/дм³. Розчин заліза (II) сульфату з молярною концентрацією 0,025 моль/дм³ готують розчиненням 0,695 г заліза (II) сульфату 7-водного в 100 см³ дистильованої води.

9.3 Методика готування титрованого розчину церію (IV)

9.3.1 У стакан вміщують 60 г амоній церій (IV) нітрату і додають 30 см³ сірчаної кислоти. Перемишують речовини до утворення однорідної кашкоподібної суміші. Обережно, ретельно перемишуючи, у стакан додають 100 см³ води і перемишують речовини упродовж 2 хв. Додають у стакан воду доти, доки об'єм розчину не досягне 900 см³. Перші 600 см³ води додають порціями по 200 см³, після додавання кожної порції розчин перемишують упродовж 2 хв.

9.3.2 Охолоджують розчин до температури (20 ± 5) °С та фільтрують за допомогою лійки.

9.3.3 Дають фільтрату відстоятись упродовж 3 діб у закоркованій скляній пляшці. Якщо після відстоювання розчин залишається прозорим, його переносять у мірну колбу і об'єм розчину в колбі доводять до позначки дистильованою водою. Якщо під час відстоювання у пляшці випадає осад, то осад відфільтровують за допомогою лійки. Фільтрат переносять у мірну колбу. Об'єм розчину в колбі доводять до позначки дистильованою водою.

9.4 Методика визначення молярної концентрації титрованого розчину церію (IV)

9.4.1 У платиновому тиглі висушують 1 г миш'яку (III) оксиду згідно з 5.4.1.

9.4.2 Зважують (0,20 ± 0,01) г висушеного миш'яку (III) оксиду і переносять речовину в конічну колбу. Обмивають внутрішні стінки колби 25 см³ водного розчину натрію гідроксиду. Перемишують розчин до повного розчинення миш'яку (III) оксиду.

9.4.3 До розчину додають 100 см³ води, 10 см³ розчину сірчаної кислоти, три краплі розчину осмію (VIII) оксиду і дві краплі розчину 1,10-фенантролінового феросульфатного індикатору.

9.4.4 За допомогою бюретки титрують уміст колби розчином церію (IV) до різкого переходу рожевого забарвлення розчину в блідо-блакитне.

Записують об'єм розчину церію (IV), використаного під час випробовування.

9.5 Правила опрацювання результатів випробування

Молярну концентрацію розчину церію (IV) $c_{\text{Ce(IV)}}$ у молях на кубічний дециметр обчислюють за формулою (5):

$$c_{\text{Ce(IV)}} = \frac{20,21836 \cdot m_{\text{As}_2\text{O}_3}}{V_{\text{Ce(IV)}}}, \quad (5)$$

де $m_{\text{As}_2\text{O}_3}$ — маса миш'яку (III) оксиду, використаного під час випробовування, г;

$V_{\text{Ce(IV)}}$ — об'єм розчину церію (IV), використаного під час випробовування, см³;

20,21836 — величина співвідношення між кількістю кубічних сантиметрів в 4 дм³ та кількістю грамів, що відповідають 1 молу миш'яку (III) оксиду, см³ · моль/(дм³ · г).

9.6 Правила оформлення результатів випробування

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

9.7 Правила зберігання та використання титрованого розчину церію (IV)

Титрований розчин церію (IV) зберігають і використовують згідно з 5.7. Молярну концентрацію титрованого розчину визначають один раз на місяць.

9.8 Збіжність і відтворюваність результатів випробування**9.8.1 Характеристики збіжності**

Різниця між результатами вимірювання молярної концентрації розчину церію (IV) з номінальним значенням $0,1 \text{ моль/дм}^3$, отриманими одним виконавцем у тій самій лабораторії в один день, із ймовірністю 95 % не перевищує $0,0004 \text{ моль/дм}^3$. Експериментальний СКВ результатів такого вимірювання становить $0,00013 \text{ моль/дм}^3$ за кількості ступенів свободи 36.

Різниця між результатами вимірювання, розрахованими як середнє арифметичне значення результатів двох послідовних визначень молярної концентрації церію (IV) з номінальним значенням $0,1 \text{ моль/дм}^3$, отриманими одним виконавцем у тій самій лабораторії в різні дні, із ймовірністю 95 % не перевищує $0,0004 \text{ моль/дм}^3$. Експериментальний СКВ результатів такого вимірювання становить $0,00014 \text{ моль/дм}^3$ за кількості ступенів свободи 18.

9.8.2 Характеристики відтворюваності

Різниця між результатами вимірювання, розрахованими як середнє арифметичне значення результатів двох послідовних визначень молярної концентрації церію (IV) з номінальним значенням $0,1 \text{ моль/дм}^3$, отриманими різними виконавцями в різних лабораторіях, із ймовірністю 95 % не перевищує $0,00021 \text{ моль/дм}^3$. Експериментальний СКВ результатів такого вимірювання становить $0,0006 \text{ моль/дм}^3$ за кількості ступенів свободи 15.

10 ГОТУВАННЯ ТИТРОВАНОГО РОЗЧИНУ ЩАВЛЕВОЇ КИСЛОТИ ТА ВИЗНАЧЕННЯ ЙОГО МОЛЯРНОЇ КОНЦЕНТРАЦІЇ**10.1 Правила готування титрованого розчину щавлевої кислоти та визначення його молярної концентрації**

Готують титрований розчин щавлевої кислоти та визначають його молярну концентрацію, дотримуючись правил, наведених у 5.1.

10.2 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;
- термометр із ціною поділки $0,1 \text{ }^\circ\text{C}$ — згідно з ГОСТ 28498, для вимірювання температури від $50 \text{ }^\circ\text{C}$ до $100 \text{ }^\circ\text{C}$;
- бюретку місткістю 50 см^3 — згідно з ГОСТ 29252 (ИСО 385-2);
- колбу Кн-1—250—29/32 — згідно з ГОСТ 25336;
- колбу 2—1000—1 — згідно з ГОСТ 1770;
- воду будь-якого класу — згідно з ДСТУ ISO 3696;
- щавлеву кислоту 2-водну — згідно з ГОСТ 22180;
- титрований розчин калію марганцевокислого з молярною концентрацією $0,02 \text{ моль/дм}^3$ — згідно з розділом 8;
- сірчану кислоту — згідно з ГОСТ 4204.

10.3 Методика готування титрованого розчину щавлевої кислоти

У мірну колбу вміщують $6,3 \text{ г}$ щавлевої кислоти та 100 см^3 води. Перемішують уміст колби до розчинення щавлевої кислоти, заповнюють колбу дистильованою водою до позначки та ретельно перемішують розчин.

10.4 Методика визначення молярної концентрації титрованого розчину щавлевої кислоти

10.4.1 За допомогою бюретки додають у колбу 40 см^3 розчину щавлевої кислоти. Наливають у колбу 30 см^3 води та 8 см^3 сірчаної кислоти. Нагрівають розчин до температури $(75 \pm 5) \text{ }^\circ\text{C}$.

10.4.2 Титрують уміст колби розчином калію марганцевокислого, додаючи його по краплях. Поки не зникне рожеве забарвлення після додавання попередньої краплі, наступну краплю не додають. Титрування закінчують, якщо після додавання однієї краплі розчину калію марганцевокислого забарвлення не зникає упродовж 30 с.

Записують об'єм розчину калію марганцевокислого, використаного під час випробовування.

10.4.3 Виконують контрольний дослід. У колбу наливають 70 см³ води та 8 см³ сірчаної кислоти. Нагрівають розчин до температури (75 ± 5) °С. Титрують уміст колби розчином калію марганцевокислого згідно з 10.4.2.

Записують об'єм розчину калію марганцевокислого, використаного під час виконання контрольного дослід.

10.5 Правила опрацювання результатів випробування

Молярну концентрацію розчину щавлевої кислоти $c_{\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4}$ у молях на кубічний дециметр обчислюють за формулою (6):

$$c_{\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4} = \frac{2,5 \cdot (V_{\text{KMnO}_4} - V_{\text{KMnO}_4}^{\text{хол}}) \cdot c_{\text{KMnO}_4}}{V_{\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4}}, \quad (6)$$

де 2,5 — кількість молів щавлевої кислоти, які реагують з 1 молем калію марганцевокислого;

V_{KMnO_4} — об'єм розчину калію марганцевокислого, використаного під час випробовування, см³;

$V_{\text{KMnO}_4}^{\text{хол}}$ — об'єм розчину калію марганцевокислого, використаного під час виконання контрольного дослід, см³;

c_{KMnO_4} — концентрація розчину калію марганцевокислого, моль/дм³;

$V_{\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4}$ — об'єм розчину щавлевої кислоти, використаного під час випробовування, см³.

10.6 Правила оформлення результатів випробування

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

10.6.2 Характеристики похибки результату визначення молярної концентрації щавлевої кислоти нормують у методиках виконання вимірювання (далі — МВВ), атестованих в установленому порядку.

10.7 Правила зберігання та використання титрованого розчину щавлевої кислоти

Титрований розчин щавлевої кислоти зберігають і використовують згідно з 5.7. Молярну концентрацію титрованого розчину визначають один раз на місяць.

11 ГОТУВАННЯ ТИТРОВАНОГО РОЗЧИНУ МИШ'ЯКУ (III) ОКСИДУ ТА ВИЗНАЧАННЯ ЙОГО МОЛЯРНОЇ КОНЦЕНТРАЦІЇ

11.1 Правила готування титрованого розчину миш'яку (III) оксиду та визначення його молярної концентрації

Готують титрований розчин миш'яку (III) оксиду та визначають його молярну концентрацію, дотримуючись правил, наведених у 5.1.

11.2 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;
- термометр із ціною поділки 0,1 °С — згідно з ГОСТ 28498, для вимірювання температури від 0 °С до 50 °С;
- баню водяну будь-якої конструкції;
- бюретку місткістю 50 см³ — згідно з ГОСТ 29252 (ИСО 385-2);
- колбу Кн-1—250—29/32 — згідно з ГОСТ 25336;
- колбу 2—1000—1 — згідно з ГОСТ 1770;

- воду будь-якого класу — згідно з ДСТУ ISO 3696;
- миш'яку (III) оксид — згідно з ГОСТ 1973, очищений згідно з додатком Г;
- натрію гідроксид — згідно з ГОСТ 4328;
- титрований розчин натрію гідроксиду з молярною концентрацією 1 моль/дм³;
- титрований розчин сірчаної кислоти з молярною концентрацією 0,5 моль/дм³.

11.3 Методика готування титрованого розчину миш'яку (III) оксиду

11.3.1 У конічну колбу за допомогою бюретки вміщують 40 см³ розчину натрію гідроксиду.

11.3.2 Додають у колбу 4,9460 г миш'яку (III) оксиду. Перемішують уміст колби, нагріваючи її на киплячій водяній бані до повного розчинення миш'яку (III) оксиду.

11.3.3 Охолоджують розчин до температури (20 ± 5) °С і переносять його в мірну колбу.

11.3.4 Розраховують об'єм титрованого розчину кислоти сірчаної, потрібний для нейтралізації 40 см³ розчину натрію гідроксиду.

Примітка 10. Під час розраховування об'єму титрованого розчину сірчаної кислоти, потрібного для нейтралізації 40 см³ розчину натрію гідроксиду, використовують значення концентрацій з точністю не менше ніж 0,0001 моль/дм³. Також використовують значення поправкових коефіцієнтів, які враховують термічне розширення розчину, наведені в таблиці В 1 додатка В

11.3.5 Додають у мірну колбу розраховану кількість титрованого розчину сірчаної кислоти, а також надлишок цього розчину об'ємом 0,2 см³. Доводять об'єм розчину в колбі до позначки дистильованою водою.

11.4 Правила опрацювання результатів готування титрованого розчину миш'яку (III) оксиду

Значення молярної концентрації титрованого розчину розраховують за масою миш'яку (III) оксиду, взятого для готування розчину згідно з 11.3.2.

11.5 Правила оформлення результатів готування титрованого розчину миш'яку (III) оксиду

Результат розрахування молярної концентрації титрованого розчину оформлюють згідно з ДСТУ ISO/IEC 17025 і записують із точністю до 0,0001 моль/дм³.

11.6 Правила зберігання та використання титрованого розчину миш'яку (III) оксиду

Титрований розчин миш'яку (III) оксиду зберігають і використовують згідно з 5.7. Строк зберігання титрованого розчину становить один місяць.

12 ГОТУВАННЯ ТИТРОВАНОГО РОЗЧИНУ АМОНІЙ ЗАЛІЗО (II) СУЛЬФАТУ ТА ВИЗНАЧАННЯ ЙОГО МОЛЯРНОЇ КОНЦЕНТРАЦІЇ

12.1 Правила готування титрованого розчину амоній залізо (II) сульфату та визначення його молярної концентрації

Готують титрований розчин амоній залізо (II) сульфату та визначають його молярну концентрацію, дотримуючись правил, наведених у 5.1.

12.2 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);
- колбу Кн-1—250—29/32 — згідно з ГОСТ 25336;
- колбу 2—1000—1 — згідно з ГОСТ 1770;
- воду будь-якого класу — згідно з ДСТУ ISO 3696;
- амоній залізо (II) сульфат — згідно з ГОСТ 4208;
- ортофосфорну кислоту — згідно з ГОСТ 6552;
- титрований розчин калію марганцевокислого з молярною концентрацією 0,02 моль/дм³ — згідно з розділом 8;
- сірчану кислоту — згідно з ГОСТ 4204.

12.3 Методика готування титрованого розчину амоній залізо (II) сульфату

12.3.1 У мірну колбу наливають 30 см³ сірчаної кислоти та 200 см³ води. Ретельно перемішують уміст колби.

12.3.2 Додають у колбу 40,0 г амоній залізо (II) сульфату. Перемішують уміст колби до розчинення амоній залізо (II) сульфату, заповнюють колбу водою до позначки та ретельно перемішують розчин.

12.4 Методика визначення молярної концентрації титрованого розчину амоній залізо (II) сульфату

12.4.1 За допомогою бюретки додають у конічну колбу (30 ± 5) см³ розчину амоній залізо (II) сульфату. Наливають у колбу 5 см³ ортофосфорної кислоти.

12.4.2 Титрують уміст колби розчином калію марганцевокислого, додаючи його по краплях. Поки не зникне рожеве забарвлення після додавання попередньої краплі, наступну краплю не додають. Титрування закінчують, якщо після додавання однієї краплі розчину калію марганцевокислого забарвлення не зникає упродовж 30 с.

Записують об'єм розчину калію марганцевокислого, використаного під час випробовування.

12.4.3 Виконують контрольний дослід. У колбу наливають (30 ± 5) см³ води та 5 см³ ортофосфорної кислоти. Титрують уміст колби розчином калію марганцевокислого згідно з 12.4.2.

Записують об'єм розчину калію марганцевокислого, використаного під час виконання контрольного дослід.

12.5 Правила опрацювання результатів випробування

Молярну концентрацію розчину амоній залізо (II) сульфату $c_{\text{Fe(II)}}$ у молях на кубічний дециметр обчислюють за формулою (7):

$$c_{\text{Fe(II)}} = \frac{5 \cdot (V_{\text{KMnO}_4} - V_{\text{KMnO}_4}^{\text{хол}}) \cdot c_{\text{KMnO}_4}}{V_{\text{Fe(II)}}} \quad (7)$$

де 5 — кількість молів амоній залізо (II) сульфату, які реагують з 1 молем калію марганцевокислого;

V_{KMnO_4} — об'єм розчину калію марганцевокислого, використаного під час випробовування, см³;

$V_{\text{KMnO}_4}^{\text{хол}}$ — об'єм розчину калію марганцевокислого, використаного під час виконання контрольного дослід, см³;

c_{KMnO_4} — концентрація титрованого розчину калію марганцевокислого, моль/дм³;

$V_{\text{Fe(II)}}$ — об'єм розчину амоній залізо (II) сульфату згідно з 12.3, використаного під час випробовування, см³.

12.6 Правила оформлення результатів випробування

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

12.6.2 Характеристики похибки результату визначення молярної концентрації амоній залізо (II) сульфату нормують у MBV, атестованих в установленому порядку.

12.7 Правила зберігання та використання титрованого розчину амоній залізо (II) сульфату

Титрований розчин амоній залізо (II) сульфату зберігають і використовують згідно з 5.7. Строк зберігання титрованого розчину становить один місяць.

ДОДАТОК А
(обов'язковий)

ГРАДУЮВАННЯ МІРНОГО ПОСУДУ

А.1 Правила та умови градуювання мірного посуду

А.1.1 Мірні колби градуують «на вливання», а бюретки й піпетки — «на виливання».

А.1.2 Перед градуюванням мірний посуд ретельно миють. Піпетки й бюретки не сушать, а мірні колби ополіскують етиловим спиртом або ацетоном і висушують за температури $(20 \pm 5) ^\circ\text{C}$.

А.1.3 Результати зважування під час градуювання мірного посуду місткістю до 50 см^3 записують із точністю до 0,001 г, під час градуювання мірного посуду місткістю понад 50 см^3 — із точністю до 0,01 г.

А.1.4 Градуювання автоматичних піпеток та бюреток виконують за методиками, подібними до наведених у цьому додатку.

А.1.5 Під час градуювання мірних колб і піпеток їх зважують методом заміщення з використанням свинцевого дробу.

А.1.6 Умови градуювання наведено в 5.1.

Примітка А.1. У разі використання ваг з однією чашкою метод заміщення використовувати не обов'язково.

А.2 Засоби градуювання, допоміжні пристрої та матеріали

Для градуювання мірного посуду використовують такі засоби градуювання, допоміжні пристрої та матеріали:

- 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 $50 ^\circ\text{C}$;
- стаканчики для зважування СН-85/15 — згідно з ГОСТ 25336;
- колби типу Кн виконання 1 — згідно з ГОСТ 25336;
- дріб мисливський — згідно з ГОСТ 7837;
- ацетон — згідно з ГОСТ 2603;
- воду для застосування в лабораторіях, будь-якого класу — згідно з ДСТУ ISO 3696;
- спирт етиловий — згідно з ДСТУ 4221;
- папір фільтрувальний лабораторний марки ФБ або ФС — згідно з ГОСТ 12026 або папір фільтрувальний — згідно з чинним нормативним документом.

Примітка А.2. Місткість стаканчиків для зважування та колб визначають залежно від місткості посуду, який градуують.

А.3 Градуювання мірної колби

А.3.1 Висушену мірну колбу розміщують на правій чашці ваг. На лівій чашці ваг розміщують стакан, в який додають свинцевий дріб до врівноваження. Колбу знімають і на її місце ставлять гирі до досягнення положення рівноваги.

Обережно наповнюють колбу дистильованою водою до позначки. Остаточо встановлюють рівень води в колбі до позначки, додаючи (або видаляючи) кілька крапель води за допомогою скляної трубочки з відтягнутим кінцем або тонкої піпетки так, щоб нижній край меніска води перебував на рівні верхнього краю позначки на колбі. Колбу з водою розміщують на правій чашці ваг, на лівій чашці розміщують стакан. Знову врівноважують чашки додаванням у стакан свинцевого дробу. Колбу з водою знімають, ставлять на її місце гирі до досягнення положення рівноваги. За різницею результатів двох зважувань визначають масу води, що міститься в колбі за даної температури.

А.3.2 Заповнення колби водою і визначання мас порожньої колби, колби з водою та води повторюють тричі. Обчислюють середнє арифметичне значення результатів трьох визначень маси води m у грамах, яка міститься в заповненій колбі.

А.3.3 Значення об'єму, який займає $1,000 \text{ г}$ води за температури випробовування, перераховують на значення об'єму, який займає $1,000 \text{ г}$ води за температури $20 ^\circ\text{C}$ згідно з даними таблиці А.1.

Місткість колби за температури $20 ^\circ\text{C}$ V_{k20} у кубічних сантиметрах обчислюють за формулою (А.1):

$$V_{k20} = V_{20} \cdot m, \quad (\text{A.1})$$

де V_{20} — об'єм, що займає 1,000 г води за температури 20 °С, згідно з таблицею А.1, см³.

Таблиця А.1 — Об'єм, який займає 1,000 г води у разі зважування за допомогою гирь з нержавкої сталі з урахуванням поправок на зважування в повітряному середовищі

Температура, °С	Об'єм за температури 20 °С, см ³	Температура, °С	Об'єм за температури 20 °С, см ³
10	1,0016	21	1,0030
11	1,0016	22	1,0032
12	1,0017	23	1,0034
13	1,0018	24	1,0036
14	1,0019	25	1,0037
15	1,0020	26	1,0041
16	1,0022	27	1,0043
17	1,0023	28	1,0046
18	1,0025	29	1,0048
19	1,0026	30	1,0052
20	1,0028		

А.4 Градування піпетки

А.4.1 Піпетку заповнюють водою. Для цього нижній її кінець опускають у посудину з дистильованою водою й обережно набирають воду в піпетку до рівня вище позначки. Верхній отвір закривають вказівним пальцем. Заповнену піпетку піднімають над водою і, утримуючи вертикально, встановлюють позначку на рівні очей так, щоб кругова лінія позначки здавалася прямою. Ззовні піпетку протирають фільтрувальним папером. Підіймаючи вказівний палець, надлишок води обережно зливають з піпетки так, щоб нижній край меніска води після зливання був на одному рівні з верхнім краєм позначки на піпетці. Якщо на кінці піпетки з'являється крапля, її обережно знімають, торкаючись кінцем піпетки стінки посудини.

Воду з піпетки переносять у попередньо зважений стаканчик для зважування або в конічну колбу. Піпетку потрібно тримати вертикально. Після перенесення води торкаються нижнім кінцем піпетки внутрішньої стінки стаканчика чи колби. Стаканчик або колбу закривають кришкою чи пробкою та зважують.

А.4.2 Стаканчик чи колбу зважують згідно з А.3.1.

Масу води, яка вміщується в піпетку за температури градування, визначають за різницею результатів зважування стаканчика (колби) з водою і порожнього стаканчика (колби).

А.4.3 Заповнення піпетки водою, зливання води з піпетки і визначання маси зливої води повторюють тричі, обчислюють середнє арифметичне значення результатів трьох визначень маси води m у грамах, яка вміщується в колбу під час її заповнення.

А.4.4 Місткість піпетки за температури 20 °С $V_{п20}$ у кубічних сантиметрах обчислюють за формулою (А.2):

$$V_{п20} = V_{20} \cdot m. \quad (\text{A.2})$$

А.5 Градування бюретки

А.5.1 Бюретки місткістю більше ніж 25 см³ градуують у позначках шкали, інтервал між якими становить 5 см³, бюретки місткістю до 25 см³ градуують у позначках шкали, інтервал між якими становить 1 см³. За потреби бюретки місткістю більше ніж 25 см³ градуують у позначках шкали, інтервал між якими становить 1 см³, у потрібному для конкретного використання інтервалі.

А.5.2 Бюретку встановлюють вертикально і заповнюють водою її нижню частину (вище і нижче крана). Заповнюють бюретку водою вище позначки «0». Зливають воду з бюретки до позначки «0» так,

щоб нижній край меніска був на одному рівні з верхнім краєм нульової позначки. За допомогою фільтрувального паперу видаляють краплю з кінця бюретки. Під бюретку встановлюють стаканчик для зважування або конічну колбу заздалегідь визначеної маси. Зливають воду зі швидкістю приблизно $10 \text{ см}^3/\text{хв}$. Стаканчик чи колбу закорковують і зважують.

A.5.3 Стаканчик чи колбу зважують згідно з A.3.1.

Масу води, яка вміщується в бюретку, визначають за різницею результатів зважування стаканчика (колби) з водою і порожнього стаканчика (колби).

A.5.4 Заповнення бюретки водою, зливання води з бюретки і визначання маси зливої води повторюють тричі, обчислюють середнє арифметичне значення результатів трьох визначень маси води m у грамах, яка вміщується в колбу під час її заповнення.

A.5.5 Місткість бюретки за температури $20 \text{ }^\circ\text{C}$ V_{620} у кубічних сантиметрах обчислюють за формулою (A.3):

$$V_{620} = V_{20} \cdot m. \quad (\text{A.3})$$

За потреби розраховують поправку місткості бюретки ΔV для певного її інтервалу в кубічних сантиметрах за формулою (A.4):

$$\Delta V = V_{620} - V_{\text{ном}}. \quad (\text{A.4})$$

де $V_{\text{ном}}$ — номінальна місткість бюретки за позначкою шкали, см^3 .

Поправки розраховують для всіх робочих інтервалів місткості бюретки.

Будують графік поправок, відкладаючи на осі абсцис значення номінальної місткості бюретки, а на осі ординат — значення поправок.

Для отримання виправленого об'єму рідини, виміряного бюреткою, до її номінальної місткості додають поправку, яку визначають за графіком поправок.

ДОДАТОК Б (обов'язковий)

ПРАВИЛА ГОТУВАННЯ ВІЛЬНОЇ ВІД ГАЗІВ ВОДИ

Б.1 Умови та засоби готування вільної від газів води

Для готування вільної від газів води використовують:

- колбу типу Кн — згідно з ГОСТ 25336;
- трубку хлоркальцієву — згідно з ГОСТ 25336;
- газопромивач ГФЛ — згідно з ГОСТ 25336;
- воду для застосування в лабораторіях, будь-якого класу — згідно з ДСТУ ISO 3696;
- поглинач хімічний вапняний — згідно з ГОСТ 6755.

Умови готування наведено у 5.1.8.

Примітка Б.1. Місткість колби визначають залежно від кількості вільної від газів води, яку потрібно отримати. Розміри газопромивача визначають залежно від розмірів колби.

Б.2 Методика готування вільної від газів води

Б.2.1 У колбу наливають воду для застосування в лабораторіях та кип'ятять її упродовж 20 хв. Воду охолоджують у колбі, яку щільно закорковують. У пробку має бути вставлено хлоркальцієву трубку, заповнену поглиначем хімічним вапняним.

Б.2.2 Для значних кількостей води (більше ніж 10 л) дозволено видаляти вуглекислий газ барботуванням через шар води газоподібного азоту згідно з ДСТУ ГОСТ 9293. Барботування виконують газопромивачем, який опускають у нижню частину колби з водою.

ДОДАТОК В
(обов'язковий)РОЗРАХОВУВАННЯ ТЕМПЕРАТУРНИХ ПОПРАВОК
ДО ЗНАЧЕНЬ МОЛЯРНОЇ КОНЦЕНТРАЦІЇ
КОМПОНЕНТІВ ТИТРОВАНИХ РОЗЧИНІВ

В.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 В.1.

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

Молярна концентрація компонента розчину, моль/дм ³	Поправковий коефіцієнт, моль/(дм ³ ·°С)	Компонент розчину, для якого визначено поправковий коефіцієнт
0,017	0,000003	Калій двохромовокислий
0,02	0,000004	Калій марганцевокислий
0,025	0,00001	Миш'яку (III) оксид
0,05	0,00001	Йод, щавлева кислота
0,1	0,00002	Натрію тіосульфат, амоній залізо (II) сульфат
0,1	0,000035	Церію (IV) сульфат

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

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

- де c_{t_2} — молярна концентрація компонента титрованого розчину за температури його використання, моль/дм³;
 c_{t_1} — молярна концентрація компонента титрованого розчину за температури її визначання, моль/дм³;
 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/(дм³·°С).

ДОДАТОК Г
(обов'язковий)

МЕТОДИКА ОЧИЩЕННЯ МИШ'ЯКУ (III) ОКСИДУ

Г.1 Засоби та умови очищення миш'яку (III) оксиду

Для очищення миш'яку (III) оксиду 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;
- термометр із ціною поділки $0,1^\circ\text{C}$ — згідно з ГОСТ 28498, для вимірювання температури від 0°C до 50°C ;
- баню водяну будь-якої конструкції;
- прилад для отримання потоку водню хлориду, будь-якої конструкції;
- прилад для отримання потоку сірководню, будь-якої конструкції;
- тигель платиновий — згідно з ГОСТ 6563;
- ексикатор будь-якого типу;
- колби Кн-1—1000—29/32 — згідно з ГОСТ 25336;

- колбу КП-1—1000—29/32 (колбу Вюрца) — згідно з ГОСТ 25336;
- лійку ВД-3—1000—29/32 — згідно з ГОСТ 25336;
- лійку ВФ-1 (ПОР 100) або ВФ-2 (ПОР 100) — згідно з ГОСТ 25336;
- стакан місткістю 2000 см³ — згідно з ГОСТ 25336;
- пробірки П1—14—120 — згідно з ГОСТ 25336;
- силікагель — згідно з ГОСТ 3956, прожарений за температури (180 ± 20) °С і охолоджений в ексикаторі;
- воду будь-якого класу — згідно з ДСТУ ISO 3696;
- миш'яку (III) оксид — згідно з ГОСТ 1973;
- соляну кислоту — згідно з ГОСТ 3118;
- папір індикаторний будь-якого типу.

Г.2 Методика очищення миш'яку (III) оксиду

- Г.2.1** У конічній колбі розчиняють 150 г миш'яку (III) оксиду в 350 см³ соляної кислоти.
- Г.2.2** Розчин переносять у колбу Вюрца та переганяють у потоці водню хлориду. Приймач для дистилляту охолоджують до температури (10 ± 5) °С. Дистиллят відстоюють упродовж доби.
- Г.2.3** За допомогою ділильної лійки відокремлюють нижній шар дистилляту (миш'яку (III) хлорид). Промивають миш'яку (III) хлорид такою самою за об'ємом кількістю соляної кислоти і відокремлюють його.
- Г.2.4** Перевіряють наявність домішок іонів сурми (III) в миш'яку (III) хлориді. Для цього чотири краплі миш'яку (III) хлориду вміщують у пробірку та нагрівають на водяній бані за температури 100 °С упродовж 3 хв. Пропускають через пробірку потік сірководню. Випадання жовтого осаду свідчить про наявність іонів сурми (III) у миш'яку (III) хлориді.
- Г.2.5** Промивають миш'яку (III) хлорид соляною кислотою до повного видалення іонів сурми (III), тобто до отримання негативного результату випробування згідно з Г.2.4.
- Г.2.6** Інтенсивно перемішуючи, виливають очищений згідно з Г.2.5 миш'яку (III) хлорид у стакан із 1000 см³ киплячої води. Охолоджують стакан до температури (20 ± 5) °С.
- Г.2.7** За допомогою лійки зі скляним фільтром відокремлюють осад білого кольору (миш'яку (III) оксид), який випадає після охолодження стакана. Промивають осад на фільтрі водою до нейтральної реакції промивної води за індикаторним папером.
- Г.2.8** Висушують миш'яку (III) оксид за температури (20 ± 5) °С упродовж 3 діб в ексикаторі з силікагелем.
- Г.2.9** Повторно очищують миш'яку (III) оксид згідно з Г.2.1—Г.2.8.
- Г.3 Правила зберігання очищеного миш'яку (III) оксиду**
Очищений миш'яку (III) оксид зберігають у скляній банці, яку герметично закорковують.

ДОДАТОК Д
(довідковий)

БІБЛІОГРАФІЯ

- 1 ТУ 6-09-40-2472-87 Індикатор орто-фенантролін. Технические условия (Індикатор орто-фенантролін. Технічні умови)
- 2 ТУ 6-09-4762-84 Аммоний-церий (IV) нитрат. Технические условия (Амоній-церій (IV) нітрат. Технічні умови)
- 3 ТУ 2611-051-00205067-2004 Осмий (VIII) оксид. Технические условия (Осмій (VIII) оксид. Технічні умови).

Код УКНД 71.040.30

Ключові слова: амоній залізо (II) сульфат, йод, калій двохромовоокислий, щавлева кислота, натрію тіосульфат, миш'яку (III) оксид, калію перманганат, титровані розчини, хімічний аналіз, церій (IV).

Редактор О. Ніколаєнко
Технічний редактор О. Касіч
Коректор Л. Позняк
Верстальник С. Павленко

Підписано до друку 16.05.2013. Формат 60 × 84 1/8.
Ум. друк. арк. 3,25. Зам. 768 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