

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

РЕАКТИВЫ

МЕТОДЫ ПРИГОТОВЛЕНИЯ ТИТРОВАННЫХ РАСТВОРОВ ДЛЯ ОКИСЛИТЕЛЬНО-ВОССТАНОВИТЕЛЬНОГО ТИТРОВАНИЯ

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2008

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

Реактивы
**МЕТОДЫ ПРИГОТОВЛЕНИЯ ТИТРОВАННЫХ
РАСТВОРОВ ДЛЯ ОКИСЛИТЕЛЬНО-ВОССТАНОВИТЕЛЬНОГО
ТИТРОВАНИЯ**
**ГОСТ
25794.2—83**

Reagents.

 Methods of preparation of standard
volumetric solutions for redox titration

 МКС 71.040.30
ОКСТУ 2609
Дата введения **01.07.84**

Настоящий стандарт распространяется на реактивы и устанавливает методы приготовления следующих титрованных растворов для окислительно-восстановительного титрования и методы проверки их молярной концентрации:

аммоний ванадиевоокислый мета, растворы молярных концентраций:

$c(\text{NH}_4\text{VO}_3) = 0,1$ моль/дм³ (0,1 н.);

$c(\text{NH}_4\text{VO}_3) = 0,05$ моль/дм³ (0,05 н.);

соль закиси железа и аммония двойная серноокислая (соль Мора), раствор молярной концентрации:

$c(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot \text{FeSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O} = 0,1$ моль/дм³ (0,1 н.);

йод, раствор молярной концентрации:

$c(1/2 \text{I}_2) = 0,1$ моль/дм³ (0,1 н.);

калий бромноватоокислый, раствор молярной концентрации:

$c(1/6 \text{KBrO}_3) = 0,1$ моль/дм³ (0,1 н.);

калий двуххромовокислый, раствор молярной концентрации:

$c(1/6 \text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) = 0,1$ моль/дм³ (0,1 н.);

калий железосинеродистый, раствор молярной концентрации:

$c(\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6) = 0,05$ моль/дм³ (0,05 н.);

калий йодноватоокислый, растворы молярных концентраций:

$c(\text{KIO}_3) = 0,1$ моль/дм³;

$c(1/6 \text{KIO}_3) = 0,1$ моль/дм³;

$c(1/2 \text{KIO}_3) = 0,1$ моль/дм³;

калий марганцовокислый, раствор молярной концентрации:

$c(1/3 \text{KMnO}_4) = 0,1$ моль/дм³ (0,1 н.);

кислота шавелевая, раствор молярной концентрации:

$c(1/2 \text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) = 0,1$ моль/дм³ (0,1 н.);

мышьяк (III) окись (мышьяковистый ангидрид), раствор концентрации:

$c(1/4 \text{As}_2\text{O}_3) = 0,1$ моль/дм³ (0,1 н.);

натрий серноватистоокислый, раствор молярной концентрации:

$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0,1$ моль/дм³ (0,1 н.);

церий (IV) сульфат, растворы молярных концентраций:

$c(\text{Ce}(\text{SO}_4)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}) = 0,05$ моль/дм³ (0,05 н.),

$c(\text{Ce}(\text{SO}_4)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}) = 0,1$ моль/дм³ (0,1 н.).

1. ОБЩИЕ УКАЗАНИЯ

1.1. Общие указания — по ГОСТ 25794.1

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

 © Издательство стандартов, 1983
 © СТАНДАРТИНФОРМ, 2008

2. ПРИГОТОВЛЕНИЕ ТИТРОВАННЫХ РАСТВОРОВ

2.1. Аммоний ванадиевокислый мета, раствор молярной концентрации $c(\text{NH}_4\text{VO}_3) = 0,1$ моль/дм³

Формула NH_4VO_3 .

Относительная молекулярная масса — 116,98.

Молярная масса эквивалента — 116,98 г/моль.

2.1.1. Реактивы и растворы

Аммоний ванадиевокислый мета по ГОСТ 9336.

Дифениламин по ТУ 6—09—5467, раствор с массовой долей 1 %.

Натрий N-фенилсульфанилат (индикатор), раствор с массовой долей 0,5 %.

Кислота серная по ГОСТ 4204.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552.

Кислота N-фенилантраниловая по ТУ 6—09—3592, раствор с массовой долей 0,1 %.

Смесь кислот, готовят следующим образом: к 300 см³ воды добавляют при перемешивании 100 см³ серной кислоты и после охлаждения 100 см³ ортофосфорной кислоты.

Соль закиси железа и аммония двойная сернокислая (соль Мора) по ГОСТ 4208, раствор молярной концентрации $c(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot \text{FeSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O} = 0,1$ моль/дм³, приготовленный по п. 2.2.

2.1; 2.1.1. (Измененная редакция, Изм. № 1).

2.1.2. Приготовление растворов

11,70 г (для раствора 0,1 моль/дм³) или 5,85 г (для раствора 0,05 моль/дм³) ванадиевокислого аммония мета растворяют в смеси, состоящей из 200 см³ воды и 150 см³ серной кислоты, при энергичном перемешивании. После растворения препарата раствор охлаждают и доводят объем раствора водой до 1 дм³.

2.1.3. Определение коэффициента поправки

25—35 см³ раствора соли Мора, отмеренные бюреткой, помещают в коническую колбу вместимостью 500 см³, добавляют 50 см³ смеси кислот, 100 см³ воды, 2—3 капли раствора N-фенилсульфанилата натрия и медленно при тщательном перемешивании титруют из бюретки приготовленным раствором ванадиевокислого аммония мета до перехода окраски в сине-фиолетовую.

Допускается проводить титрование в присутствии 2—3 капель раствора N-фенилантраниловой кислоты до перехода окраски в вишнево-красную или в присутствии 5 капель раствора дифениламина до перехода окраски в сине-фиолетовую.

2.2. Соль закиси железа и аммония двойная сернокислая (соль Мора), раствор молярной концентрации $c(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot \text{FeSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O} = 0,1$ моль/дм³ (0,1 н.)

Формула $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot \text{FeSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$.

Относительная молекулярная масса — 392,13.

Молярная масса эквивалента — 392,13 г/моль.

2.2.1. Реактивы и растворы

Вода дистиллированная, не содержащая кислорода.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, раствор молярной концентрации $c(1/5 \text{ KMnO}_4) = 0,1$ моль/дм³ (0,1 н.), приготовленный по п. 2.8.

Калий двухромовокислый по ГОСТ 4220, раствор молярной концентрации $c(1/6 \text{ K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) = 0,1$ моль/дм³ (0,1 н.), приготовленный по п. 2.5.

Кислота серная по ГОСТ 4204.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552.

Кислота N-фенилантраниловая, раствор с массовой долей 1 %.

Соль закиси железа и аммония двойная сернокислая (соль Мора) по ГОСТ 4208.

2.1.3—2.2.1. (Измененная редакция, Изм. № 1).

2.2.2. Приготовление раствора

40,00 г соли Мора растворяют в смеси, состоящей из 200 см³ воды и 30 см³ серной кислоты, и доводят объем раствора водой до 1 дм³ (если необходимо, раствор фильтруют). Коэффициент поправки устанавливают в день применения.

2.2.3. Определение коэффициента поправки по раствору марганцовокислого калия

25—35 см³ раствора соли Мора, отмеренные бюреткой, помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, добавляют 5 см³ ортофосфорной кислоты и титруют из бюретки раствором марганцовокислого калия до появления не исчезающей в течение 30 с розовой окраски.

При необходимости в результат определения вносят поправку, устанавливаемую контрольным опытом.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.2.4. Определение коэффициента поправки по раствору двухромовокислого калия

25—30 см³ раствора соли Мора, отмеренные бюреткой, помещают в коническую колбу вместимостью 500 см³, прибавляют 250 см³ воды, не содержащей кислорода, 10 см³ серной кислоты, 0,5 см³ раствора N-фенилантрахиновой кислоты и титруют из бюретки раствором двухромовокислого калия до появления вишнево-красной окраски раствора.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

2.3. Йод, раствор молярной концентрации $c(1/2 J_2) = 0,1$ моль/дм³ (0,1 н.)

Формула J₂.

Относительная молекулярная масса — 253,80.

Молярная масса эквивалента — 126,90 г/моль.

2.3.1. Реактивы и растворы

Йод по ГОСТ 4159.

Калий йодистый по ГОСТ 4232.

Кислота серная по ГОСТ 4204, раствор с массовой долей 25 %.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163, раствор с массовой долей 0,5 %.

Натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный по ГОСТ 27068, раствор молярной концентрации $c(Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O) = 0,1$ моль/дм³ (0,1 н.), приготовленный по п. 2.11.

2.3.2. Приготовление раствора

12,70 г йода растворяют в 60 см³ воды, содержащих 40 г йодистого калия, и тщательно перемешивают до полного растворения йода. Затем объем раствора доводят водой до 1 дм³. Раствор сохраняют в склянке из темного стекла с притрифованной пробкой. Коэффициент поправки устанавливают не реже одного раза в 10 сут.

Допускается готовить раствор с 25 г йодистого калия, но при этом коэффициент поправки определяют не реже одного раза в 2 сут.

2.3.3. Определение коэффициента поправки

30—40 см³ раствора йода, отмеренные бюреткой, помещают в коническую колбу (с притрифованной пробкой) вместимостью 250 см³, прибавляют около 25 см³ воды, 5 см³ раствора серной кислоты и титруют из бюретки раствором 5-водного серноватистокислый натрия до перехода бурой окраски раствора в соломенно-желтую. Затем прибавляют 2 см³ раствора крахмала и продолжают титрование при тщательном перемешивании до обесцвечивания раствора.

Допускается определять коэффициент поправки по окиси мышьяка (III) по п. 2.10.3 раствором точной молярной концентрации, приготовленным по п. 2.10.4.

2.4. Калий бромноватокислый, раствор молярной концентрации $c(1/6 KBrO_3) = 0,1$ моль/дм³ (0,1 н.)

Формула KBrO₃.

Относительная молекулярная масса — 167,00.

Молярная масса эквивалента — 27,83 г/моль.

2.4.1. Реактивы и растворы

Калий бромистый по ГОСТ 4160.

Калий бромноватокислый по ГОСТ 4457.

Калий йодистый по ГОСТ 4232, раствор с массовой долей 30 % свежеприготовленный.

Кислота серная по ГОСТ 4204, раствор с массовой долей 20 %.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163, раствор с массовой долей 0,5 %.

Натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный по ГОСТ 27068, раствор молярной концентрации $c(Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O) = 0,1$ моль/дм³ (0,1 н.), приготовленный по п. 2.11.

2.3—2.4.1. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

2.4.2. Приготовление раствора

10,00 г бромистого калия и 2,78 г бромноватокислого калия растворяют в воде и доводят объем раствора водой до 1 дм³.

2.4.3. Определение коэффициента поправки

30—40 см³ раствора бромноватокислого калия, отмеренные бюреткой, помещают в коническую колбу вместимостью 500 см³ с притрифованной пробкой, прибавляют 10 см³ раствора йодистого калия, 20 см³ раствора серной кислоты, сразу закрывают колбу пробкой, смоченной раствором йодистого калия, затем перемешивают и выдерживают в темноте в течение 10 мин, после чего

пробку и стенки колбы обмывают водой и выделившийся йод титруют из бюретки раствором 5-водного серноватистоокислого натрия до перехода окраски раствора в соломенно-желтую, затем добавляют 2 см³ раствора крахмала и продолжают титрование при тщательном перемешивании до обесцвечивания раствора.

При необходимости в результат определения вносят поправку, устанавливаемую контрольным опытом.

2.5. Калий двуххромовокислый, раствор молярной концентрации c ($1/6 \text{ K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$) = 0,1 моль/дм³ (0,1 н.)

Формула $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$.

Относительная молекулярная масса — 294,18.

Молярная масса эквивалента — 49,03 г/моль.

2.5.1. Реактивы и растворы

Калий двуххромовокислый по ГОСТ 4220.

Калий двуххромовокислый с массовой долей основного вещества (100,0±0,2) % или дважды перекристаллизованный из воды (растворимость в 100 см³ воды при 20 °С — 12,3 г, при 100 °С — 103 г) и после измельчения высушенный при 150 °С до постоянной массы или стандартный образец калия двуххромовокислого для титриметрии ГСО I разряда № 2215—81 или ГСО II разряда.

Калий йодистый по ГОСТ 4232, раствор с массовой долей 30 % свежеприготовленный.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163, раствор с массовой долей 0,5 %.

Кислота серная по ГОСТ 4204, раствор с массовой долей 20 %.

Натрий серноватистоокислый (натрия тиосульфат) 5-водный по ГОСТ 27068, раствор молярной концентрации c ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) = 0,1 моль/дм³ (0,1 н.), приготовленный по п. 2.11.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.5.2. Приготовление раствора

4,90 г двуххромовокислого калия растворяют в воде и доводят объем раствора водой до 1 дм³.

2.5.3. Определение коэффициента поправки

30—40 см³ раствора двуххромовокислого калия, отмеренные бюреткой, помещают в коническую колбу вместимостью 500 см³ с шлифованной пробкой, прибавляют 10 см³ раствора йодистого калия, 20 см³ раствора серной кислоты, сразу закрывают колбу пробкой, смоченной раствором йодистого калия, перемешивают и выдерживают в течение 10 мин в темноте, после этого обмывают пробку и стенки колбы водой, прибавляют 200 см³ воды и титруют выделившийся йод из бюретки раствором 5-водного серноватистоокислого натрия до изменения цвета раствора в желтый, затем прибавляют 2 см³ раствора крахмала и продолжают титрование при тщательном перемешивании до перехода синей окраски в светло-зеленую.

При необходимости в результат определения вносят поправку, устанавливаемую контрольным опытом.

2.5.4. Приготовление раствора точной молярной концентрации

4,9031 г двуххромовокислого калия (с массовой долей основного вещества (100,0±0,2) % или перекристаллизованного) или стандартного образца двуххромовокислого калия для титриметрии ГСО I разряда № 2215—81 или ГСО II разряда растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 1 дм³ и доводят объем раствора водой до метки.

2.6. Калий железосинеродистый, раствор молярной концентрации c ($\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6$) = 0,05 моль/дм³ (0,05 н.)

Формула $\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6$.

Относительная молекулярная масса — 329,25.

Молярная масса эквивалента — 329,25 г/моль.

2.6.1. Реактивы и растворы

Калий железосинеродистый по ГОСТ 4206 и перекристаллизованный из воды, измельченный и высушенный при 105—110 °С до постоянной массы.

Калий йодистый по ГОСТ 4232, раствор с массовой долей 30 %, свежеприготовленный.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163, раствор с массовой долей 0,5 %.

Натрий серноватистоокислый (натрия тиосульфат) 5-водный по ГОСТ 27068, раствор молярной концентрации c ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) = 0,05 моль/дм³ (0,05 н.), приготовленный по п. 2.11 с соответствующим изменением навески.

Цинк сернокислый 7-водный по ГОСТ 4174, раствор с массовой долей 10 %.

2.6.2. Приготовление раствора

16,50 г железосинеродистого калия растворяют в воде и доводят объем раствора водой до 1 дм³.

Раствор хранят в склянке из темного стекла. Коэффициент поправки раствора определяют не реже одного раза в 10 сут.

2.6.3. Определение коэффициента поправки

30—40 см³ раствора железосинеродистого калия, отмеренные бюреткой, помещают в коническую колбу вместимостью 500 см³ с притрифованной пробкой, прибавляют 30 см³ раствора 7-водного сернокислого цинка, 10 см³ раствора йодистого калия, закрывают колбу пробкой, смоченной раствором йодистого калия, тщательно перемешивают и выдерживают в темноте в течение 10 мин, после чего обмывают пробку и стенки колбы небольшим объемом воды и титруют из бюретки раствором 5-водного серноватистокислорого натрия до перехода окраски раствора в соломенно-желтую. Затем прибавляют 2 см³ раствора крахмала и продолжают титрование медленно при тщательном перемешивании до обесцвечивания раствора.

При необходимости в результат определения вносят поправку, устанавливаемую контрольным опытом.

2.6.4. Приготовление раствора точной молярной концентрации

16,4624 г перекристаллизованного железосинеродистого калия растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 1 дм³ и доводят объем раствора водой до метки.

2.7. Калий йодноватокислый, растворы молярных концентраций

$c(\text{KJO}_3) = 0,1$ моль/дм³,

$c(1/6 \text{ KJO}_3) = 0,1$ моль/дм³,

$c(1/5 \text{ KJO}_3) = 0,1$ моль/дм³.

Формула KJO_3 .

Относительная молекулярная масса — 214,00.

Молярная масса эквивалента соответственно 21,40; 3,57; 4,28 г/моль.

2.5.3—2.7. (Измененная редакция, Изм. № 1).

2.7.1. Реактивы и растворы

Калий йодноватокислый по ГОСТ 4202 перекристаллизованный из воды и высушенный при 120—150 °С до постоянной массы.

2.7.2. Приготовление раствора точной молярной концентрации

В воде в мерной колбе вместимостью 1 дм³ растворяют следующие массы перекристаллизованного йодноватокислого калия:

для раствора молярной концентрации $c(\text{KJO}_3) = 0,1$ моль/дм³ — 21,4000 г;

для раствора молярной концентрации $c(1/6 \text{ KJO}_3) = 0,1$ моль/дм³ — 3,5667 г;

для раствора молярной концентрации $c(1/5 \text{ KJO}_3) = 0,1$ моль/дм³ — 4,2800 г.

Объемы растворов доводят водой до метки.

2.8. Калий марганцовокислый, раствор молярной концентрации $c(1/5 \text{ KMnO}_4) = 0,1$ моль/дм³ (0,1 н.)

Формула KMnO_4 .

Относительная молекулярная масса — 158,03.

Молярная масса эквивалента — 31,60 г/моль.

2.8.1. Реактивы, растворы и посуда

Калий йодистый по ГОСТ 4232, раствор с массовой долей 30 %, свежеприготовленный.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490.

Кислота серная по ГОСТ 4204, концентрированная и раствор с массовой долей 20 %.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163, раствор с массовой долей 0,5 %.

Натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный по ГОСТ 27068, раствор молярной концентрации $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0,1$ моль/дм³ (0,1 н.), приготовленный по п. 2.11.

Натрий шавелевокислый по ГОСТ 5839, высушенный при 100—105 °С до постоянной массы.

Воронка типа ВФ-1 (2) ПОР10 или ВФ-1(2) ПОР16 по ГОСТ 25336.

2.8.2. Приготовление раствора

3,25 г марганцовокислого калия растворяют в воде, доводят объем раствора до 1 дм³ и выдерживают в течение 20 сут. Затем раствор фильтруют через стеклянную воронку.

Допускается более быстрый способ приготовления раствора: 3,25 г марганцовокислого калия растворяют в 900 см³ воды в колбе вместимостью 1 дм³. Раствор нагревают приблизительно до 80 °С, накрыв колбу, выдерживают при этой температуре в течение 2 ч, а затем выдерживают в течение 1 сут при комнатной температуре, после этого раствор фильтруют через стеклянную воронку.

Раствор хранят длительное время в склянке из темного стекла. Следует избегать соприкосновения раствора марганцовокислого калия с резиновыми трубками или пробками; при титровании необходимо пользоваться бюретками со стеклянными кранами.

2.7.2—2.8.2. (Измененная редакция, Изм. № 1).

2.8.3. Определение коэффициента поправки

2.8.3.1. Определение коэффициента поправки по шавелевокислоте натрию

Формула $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$.

Относительная молекулярная масса — 134,00.

Молярная масса эквивалента — 67,00 г/моль.

0,1500—0,2500 г шавелевокислого натрия помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, растворяют в 50 см³ воды, прибавляют 8 см³ серной кислоты, нагревают до 70—80 °С и титруют из бюретки раствором марганцовокислого калия. При этом титрование сначала проводят очень медленно, не прибавляя последующей капли, пока предыдущая полностью не обесцветится. В конце титрования титруют быстрее до появления не исчезающей в течение 1 мин розовой окраски раствора.

Температура раствора в конце титрования должна быть не менее 60 °С.

При необходимости в результате определения вносят поправку, устанавливаемую контрольным опытом.

2.8.3.2. Определение коэффициента поправки по раствору 5-водного серноватистокислого натрия

30—40 см³ раствора марганцовокислого калия, отмеренные бюреткой, помещают в коническую колбу вместимостью 500 см³ с шлифованной пробкой, прибавляют 10 см³ раствора йодистого калия, 20 см³ раствора серной кислоты с массовой долей 20 %, сразу закрывают колбу пробкой, смоченной раствором йодистого калия, затем перемешивают и выдерживают в темноте в течение 10 мин, после чего обмывают пробку и стенки колбы водой, прибавляют 200 см³ воды и выделившийся йод титруют из бюретки раствором 5-водного серноватистокислого натрия до перехода окраски раствора в соломенно-желтую, затем прибавляют 2 см³ раствора крахмала и продолжают титрование при тщательном перемешивании до обесцвечивания раствора.

При необходимости в результате определения вносят поправку, устанавливаемую контрольным опытом.

2.8.3.1, 2.8.3.2. (Измененная редакция, Изм. № 1).

2.8.3.3. (Исключен, Изм. № 1).

2.9. Кислота шавелевая, раствор молярной концентрации $c(1/2 \text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) = 0,1$ моль/дм³ (0,1 н.)

Формула $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$.

Относительная молекулярная масса — 126,07.

Молярная масса эквивалента — 63,03 г/моль.

2.9.1. Реактивы и растворы

Кислота серная по ГОСТ 4204.

Кислота шавелевая по ГОСТ 22180.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, раствор молярной концентрации $c(1/5 \text{KMnO}_4) = 0,1$ моль/дм³ (0,1 н.), приготовленный по п. 2.8.

2.9.2. Приготовление раствора

6,30 г шавелевой кислоты растворяют в воде и объем раствора доводят водой до 1 дм³. Раствор хранят в склянке из темного стекла.

2.9.3. Определение коэффициента поправки

25—40 см³ раствора шавелевой кислоты, отмеренные бюреткой, помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, прибавляют 30 см³ воды, 8 см³ серной кислоты, нагревают до 70—80 °С и титруют из бюретки раствором марганцовокислого калия (как указано в п. 2.8.3.1).

При необходимости в результате определения вносят поправку, устанавливаемую контрольным опытом.

2.10. Мышьак (III) окись, раствор молярной концентрации $c(1/4 \text{As}_2\text{O}_3) = 0,1$ моль/дм³ (0,1 н.)

Формула As_2O_3 .

Относительная молекулярная масса — 197,84.

Молярная масса эквивалента — 49,46 г/моль.

2.10.1. Реактивы и растворы

Йод по ГОСТ 4159, раствор молярной концентрации $c(1/2 \text{I}_2) = 0,1$ моль/дм³ (0,1 н.), приготовленный по п. 2.3.

Кислота серная по ГОСТ 4204, раствор молярной концентрации $c(1/2 \text{H}_2\text{SO}_4) = 1$ моль/дм³ (1 н.).

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор с массовой долей 25 %.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163, раствор с массовой долей 0,5 %.

Мышьяка (III) окись, аморфная или кристаллическая.

Мышьяка (III) окись, перекристаллизованная и высушенная при 105—110 °С в течение 1—2 ч.

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328, раствор молярной концентрации $c(\text{NaOH}) = 1$ моль/дм³ (1 н.) и раствор с массовой долей 10 %.

Натрий углекислый кислый по ГОСТ 4201.

Спирт этиловый ректифицированный технический по ГОСТ 18300 высшего сорта.

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

2.10.2. Приготовление раствора

4,95 г окиси мышьяка (III) аморфной или кристаллической растворяют в небольшом объеме раствора гидроксида натрия с массовой долей 10 %. Полученный раствор разбавляют водой, нейтрализуют раствором серной кислоты в присутствии раствора фенолфталеина, после чего прибавляют раствор 20 г кислого углекислого натрия в 500 см³ воды. Если при этом появляется розовая окраска, добавляют по каплям раствор серной кислоты до обесцвечивания раствора, после чего объем раствора доводят водой до 1 дм³.

2.10.3. Определение коэффициента поправки

30—40 см³ раствора йода, отмеренные бюреткой, помещают в коническую колбу вместимостью 500 см³, содержащую 200 см³ воды, прибавляют 2 см³ раствора соляной кислоты, затем 2 г кислого углекислого натрия. После его растворения прибавляют 3 см³ раствора крахмала и при тщательном перемешивании титруют из бюретки раствором окиси мышьяка (III) до обесцвечивания раствора.

2.10.4. Приготовление раствора точной молярной концентрации

4,9460 г перекристаллизованной окиси мышьяка (III) помещают в коническую колбу (или стакан) вместимостью 250 см³, содержащую отмеренные бюреткой 40 см³ раствора гидроксида натрия молярной концентрации 1 моль/дм³, и растворяют при нагревании на водяной бане. После охлаждения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³ и добавляют бюреткой 40—41 см³ раствора серной кислоты. Точный необходимый объем серной кислоты вычисляют с учетом коэффициентов поправок растворов гидроксида натрия и серной кислоты, так как необходимо обеспечить избыток серной кислоты 0,2 см³, и доводят объем раствора водой до метки.

2.11. Натрий серноватистокислый, раствор молярной концентрации $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0,1$ моль/дм³ (0,1 н.)

Формула $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$.

Относительная молекулярная масса — 248,17.

Молярная масса эквивалента — 248,17 г/моль.

2.11.1. Реактивы и растворы

Калий двуххромовокислый по ГОСТ 4220, дважды перекристаллизованный и высушенный по п. 2.5.1.

Калий йодистый по ГОСТ 4232, раствор с массовой долей 30 %, свежеприготовленный.

Кислота серная по ГОСТ 4204, раствор с массовой долей 20 %.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163, раствор с массовой долей 0,5 %.

Натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный по ГОСТ 27068.

Спирт изобутиловый по ГОСТ 6016.

2.11.2. Приготовление раствора

25,00 г 5-водного серноватистокислого натрия растворяют в 400 см³ воды, прибавляют 10 см³ изобутилового спирта, тщательно перемешивают, доводят водой объем до 1 дм³. Раствор годен к применению через 10—14 сут. Раствор хранят в склянке из темного стекла.

2.11.3. Определение коэффициента поправки

0,1500—0,2000 г двуххромовокислого калия помещают в коническую колбу вместимостью 500 см³ с пришлифованной пробкой, растворяют в 50 см³ воды, к раствору прибавляют 10 см³ раствора йодистого калия, 20 см³ раствора серной кислоты, сразу закрывают колбу пробкой, смоченной раствором йодистого калия, перемешивают и выдерживают в темноте в течение 10 мин, после чего пробку и стенки колбы обмывают водой, добавляют 200 см³ воды и выделившийся йод титруют из бюретки приготовленным раствором 5-водного серноватистокислого натрия до перехода окраски раствора в желтую, затем прибавляют 2 см³ раствора крахмала и продолжают титрование при тщательном перемешивании до перехода синей окраски раствора в светло-зеленую.

При необходимости в результат определения вносят поправку, устанавливаемую контрольным опытом.

2.9—2.11.3. (Измененная редакция, Изм. № 1).

2.11.4. (Исключен, Изм. № 1).

2.12. Церий (IV) сульфат, растворы молярных концентраций $c(\text{Ce}(\text{SO}_4)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}) = 0,05$ моль/дм³ (0,05 н.), $c(\text{Ce}(\text{SO}_4)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}) = 0,1$ моль/дм³ (0,1 н.)

Формула $\text{Ce}(\text{SO}_4)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$.

Относительная молекулярная масса — 404,29.

Молярная масса эквивалента — 404,29 г/моль.

2.12.1. Реактивы, растворы и посуда

Калий йодистый по ГОСТ 4232, раствор с массовой долей 30 %, свежеприготовленный.

Кислота серная по ГОСТ 4204, концентрированная и раствор с массовой долей 20 %.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163, раствор с массовой долей 0,5 %.

Натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный по ГОСТ 27068, раствор молярной концентрации $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0,05$ моль/дм³ (0,05 н.), приготовленный по п. 2.11 (из навески массой 12,50 г).

Натрий углекислый по ГОСТ 83.

Соль закиси железа и аммония двойная сернокислая (соль Мора) по ГОСТ 4208, раствор молярной концентрации $c[(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot \text{FeSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}] = 0,05$ моль/дм³ (0,05 н.), приготовленный по п. 2.2 (из навески массой 20,00 г).

Ферроин (индикатор), раствор. Раствор хранится длительное время.

Церий (IV) сульфат 4-водный (церий (IV) сернокислый) по ТУ 6—09—1646.

Воронка типа ВФ-1(2) ПОР10 или ВФ-1 (2) ПОР16 по ГОСТ 25336.

2.12.2. Приготовление растворов

20,20 г 4-водного сульфата церия (IV) для раствора 0,05 моль/дм³ или 40,40 г для раствора 0,1 моль/дм³ растворяют в 1 дм³ воды, содержащем 30 см³ концентрированной серной кислоты. После охлаждения, если раствор мутный, его фильтруют через стеклянную воронку типа ВФ-1 (2) ПОР10 или ВФ-1 (2) ПОР16 (ГОСТ 25336—82) и доводят объем раствора водой до 1 дм³.

Допускается применять также церий (IV) по ТУ 6—09—04—177, сульфат безводный и аммоний церий (IV) сульфат (4:1) 2-водный с изменением навески в соответствии с молекулярной массой.

2.12—2.11.2. (Измененная редакция, Изм. № 1).

2.12.3. Определение коэффициента поправки

2.12.3.1. Определение коэффициента поправки по раствору 5-водного серноватистокислового натрия

30—40 см³ раствора 4-водного сульфата церия (IV), отмеренные бюреткой, помещают в коническую колбу вместимостью 500 см³ с притертой пробкой, прибавляют 10 см³ раствора серной кислоты с массовой долей 20 %, 0,5 г углекислого натрия, 10 см³ раствора йодистого калия, сразу закрывают колбу пробкой, смоченной раствором йодистого калия, перемешивают и выдерживают в темноте в течение 10 мин, после чего пробку и стенки колбы обмывают водой и выделившийся йод титруют из бюретки раствором 5-водного серноватистокислового натрия до перехода окраски в соломенно-желтую, затем прибавляют 2 см³ раствора крахмала и продолжают медленное титрование при тщательном перемешивании до обесцвечивания раствора.

2.12.3.2. 30—40 см³ раствора соли Мора, отмеренные бюреткой, помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, прибавляют 1—2 капли раствора ферроина и титруют из бюретки раствором 4-водного сульфата церия (IV) до перехода оранжевой окраски раствора в зеленоватую.

2.12.3.3. Для определения коэффициента поправки допускается использовать растворы 5-водного серноватистокислового натрия и соли Мора 0,1 моль/дм³, при этом в формуле, как указано в п. 1.7 ГОСТ 25794.1, вместо V должно быть $2V$, а раствор соли Мора при определении по п. 2.12.3.2 должен быть объемом 15—20 см³.

2.12.3.1—2.12.3.3. (Измененная редакция, Изм. № 1).

2.12.3.4. (Исключен, Изм. № 1).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности СССР
2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 23.05.83 № 2303
3. Стандарт соответствует СТ СЭВ 3675—82
4. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ
5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 83—79	2.12.1
ГОСТ 3118—77	2.10.1
ГОСТ 4159—79	2.3.1, 2.10.1
ГОСТ 4160—74	2.4.1
ГОСТ 4174—77	2.6.1
ГОСТ 4201—79	2.10.1
ГОСТ 4202—75	2.7.1
ГОСТ 4204—77	2.1.1, 2.2.1, 2.3.1, 2.4.1, 2.5.1, 2.8.1, 2.9.1, 2.10, 2.11.1, 2.12.1
ГОСТ 4206—75	2.6.1
ГОСТ 4208—72	2.1.1, 2.2.1, 2.12.1
ГОСТ 4220—75	2.2.1, 2.5.1, 2.11.1
ГОСТ 4232—74	2.3.1, 2.4.1, 2.5.1, 2.6.1, 2.8.1, 2.11.1, 2.12.1
ГОСТ 4328—77	2.10.1
ГОСТ 4457—74	2.4.1
ГОСТ 5839—77	2.8.1
ГОСТ 6016—77	2.11.1
ГОСТ 6552—80	2.1.1, 2.2.1
ГОСТ 9336—75	2.1.1
ГОСТ 10163—76	2.3.1, 2.4.1, 2.5.1, 2.6.1, 2.8.1, 2.10.1, 2.11.1, 2.12.1
ГОСТ 18300—87	2.10.1
ГОСТ 20490—75	2.1.1, 2.8.1, 2.9.1
ГОСТ 22180—76	2.9.1
ГОСТ 25336—82	2.8.2, 2.12.2
ГОСТ 27068—86	2.3.1, 2.4.1, 2.5.1, 2.6.1
ТУ 6—09—5467—90	2.8.1, 2.11.1, 2.12.1
ТУ 6—09—1646—77	2.12.1
ТУ 6—09—3592—86	2.1.1
ТУ 6—09—5360—87	2.10.1
ТУ 6—09—04—177—84	2.12.2

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

7. ИЗДАНИЕ (май 2008 г.) с Изменением № 1, утвержденным в декабре 1990 г. (ИУС 4—91)