

Титрованными растворами называются растворы точно известной концентрации, предназначенные для целей титриметрического анализа.

Концентрация титрованного раствора (титранта) обычно выражается его молярной концентрацией, титром или титром по определяемому веществу.

Молярная концентрация (молярность) - это выраженное в молях количество растворённого вещества, содержащееся в 1 л раствора. Молярность вычисляется как отношение количества растворенного вещества к объему раствора:

$$C_M = M / V$$

где  $C_M$  - молярная концентрация, моль/л;

M - количество растворенного вещества, моль;

V - общий объём раствора, л.

Раствор, содержащий x моль вещества в 1 л раствора, обозначают x M раствором.

Титр - это выраженная в миллиграммах масса растворенного вещества, содержащаяся в 1 мл раствора (размерность - мг/мл).

Титр титранта по определяемому веществу это выраженная в миллиграммах масса определяемого вещества, эквивалентная 1 мл данного титранта. Титр титранта по определяемому веществу вычисляют, исходя из молярной концентрации или титра титранта с учётом стехиометрических коэффициентов уравнения химической реакции, протекающей при титровании, и молярных масс реагирующих веществ (размерность - мг/мл).

Иногда концентрацию раствора выражают числом грамм-эквивалентов вещества в 1 л раствора. Такие растворы называются нормальными и обозначаются символом "н.". Грамм-эквивалентом называется число граммов вещества, равное его эквиваленту. Эквивалент вещества - это такое количество вещества, которое может присоединять, высвобождать или другим способом быть эквивалентным катиону водорода в кислотно-основных (ионообменных) реакциях или электрону в окислительно-восстановительных реакциях. Величина эквивалентной массы вещества определяется исходя из его химической формулы, принадлежности к тому или иному классу химических соединений, а также химической реакции, протекающей между определяемым веществом и титрованным раствором.

Для приготовления титрованных растворов применяют химически чистые вещества или промышленного производства стандарт-титры для титриметрии. Допускается приготовление титрованного раствора несколько большей концентрации, чем требуется по расчету, который при необходимости можно довести до нужной концентрации путем разбавления.

Для приготовления титрованных растворов используют мерные ёмкости исключительно класса А.

Приготовленные титрованные растворы стандартизируют двумя способами; по стандартному титрованному раствору или по точной навеске соответствующего стандартного образца. Перед стандартизацией титрованный раствор необходимо тщательно перемешать. Концентрацию титрованных растворов определяют путем достаточного количества титрований (не менее трех).

При ручном титровании используют бюретки с ценой деления в пределах 0,01-0,05 мл.

Если титрованный раствор используют в количественном анализе, в котором конечную точку

титрования определяют электрометрическим методом (например, методом амперометрии или потенциометрии), раствор стандартизуют тем же методом. Состав среды, в которой стандартизуют титрованный раствор, должен быть таким же, как и тот, в котором он будет использован.

Для определения точной концентраций приготовленного титрованного раствора вычисляют поправочный коэффициент (K), представляющий собой отношение фактически полученной концентрации титрованного раствора к теоретически заданной. Поправочный коэффициент рассчитывают с точностью до четвертого знака после запятой.

Вычисление поправочного коэффициента производят одним из указанных ниже способов.

Способ 1 - по навеске соответствующего стандартного образца:

$$K = \frac{a}{T \cdot V}$$

где  $a$  - навеска вещества, по которому устанавливают титр, мг;

$T$  - количество вещества, по которому устанавливается титр, соответствующее 1 мл раствора заданной молярной концентрации (титр титранта по определяемому веществу), мг/мл;

$V$  - объем приготовленного раствора, израсходованный на титрование, мл.

Способ 2 - по титрованному раствору известной концентрации:

$$K = \frac{V_0 \cdot K_0}{V}$$

где  $V_0$  - объем титрованного раствора, по которому устанавливается титр, мл;

$V$  - объем приготовленного титрованного раствора, израсходованный на титрование, мл;

$K_0$  - поправочный коэффициент титрованного раствора, по которому устанавливается титр.

Коэффициент  $K$  должен находиться в пределах от 0,98 до 1,02. Если коэффициент  $K$  отличается от указанных пределов (более чем на  $\pm 2\%$ ), то раствор следует разбавить или укрепить на основании следующего расчета.

В случае разбавления раствора из величины  $K$  вычитают единицу и полученную разность умножают на 1000. Результат умножения соответствует количеству воды в миллилитрах, которое следует прибавить к каждому литру разбавляемого раствора. В случае укрепления из единицы вычитают коэффициент  $K$  и разность умножают на количество граммов исходного вещества, взятое для приготовления 1 л раствора. Полученное количество добавляют на каждый литр раствора. После этого раствор тщательно перемешивают.

Относительное стандартное отклонение при определении коэффициента  $K$  не должно превышать 0,2%.

Титрованные растворы меньшей молярной концентрации можно приготовить посредством точного разведения более концентрированных титрованных растворов водой, свободной от углерода диоксида. Поправочные коэффициенты полученных разбавленных растворов такие же, как у исходных растворов. Исключение составляют титрованные растворы для окислительно-восстановительного титрования, которые после разбавления нуждаются в повторной установке титра. Методика установки титра должна быть приведена в фармакопейной статье.

Растворы с молярной концентрацией ниже 0,1 М готовят непосредственно перед использованием.

Так как при хранении Концентрация титрованного раствора может изменяться, необходимо перепроверять поправочные коэффициенты титрованных растворов в соответствии с установленными для них сроками хранения.

Титрованные растворы, в которых при хранении появились хлопья или осадок, применять нельзя.

Титрованные растворы хранят при комнатной температуре, защищая их, при необходимости, от воздействия углерода диоксида, влаги воздуха и прямых солнечных лучей.

Рекомендуется готовить, стандартизовать и использовать титрованные растворы при одной и той же температуре.

## Исходные стандартные вещества для титрованных растворов

Исходные стандартные вещества для установки концентрации титрованных растворов обозначают буквами РО (реактив основной) и готовят следующим образом.

Калия бромат РО.  $KBrO_3$  . (М.м. 167,00).

Калия бромат перекристаллизовывают из кипящей воды. Кристаллы собирают и сушат до постоянной массы при температуре 180°C.

Калия гидрофталат РО.  $C_8H_5KO_4$  . (М.м. 204,22).

Калия гидрофталат перекристаллизовывают из кипящей воды. Кристаллы собирают при температуре выше 35°C и сушат до постоянной массы при температуре 120°C.

Калия дихромат РО,  $K_2Cr_2O_7$  . (М.м. 294,19).

Калия дихромат перекристаллизовывают из горячей воды. Кристаллы сушат до постоянной массы при температуре от 130 до 150°C и растирают.

Кислота бензойная РО.  $C_7H_6O_2$  . (М.м. 122,12).

Кислоту бензойную сублимируют.

Мышьяка оксид РО.  $As_2O_3$  . (М.м. 197,84).

Мышьяка оксид сублимируют.

Хранят над силикагелем безводным.

Натрия карбонат безводный РО.  $Na_2CO_3$  . (М.м. 106,01).

Насыщенный раствор натрия карбоната фильтруют при комнатной температуре. Через фильтрат медленно пропускают поток углерода диоксида при постоянном охлаждении и перемешивании. Через 2 ч осадок собирают на стеклянном фильтре, промывают фильтр ледяной водой, насыщенной углерода диоксидом. Сушат при температуре от 100 до 105°C и прокалывают до постоянной массы при температуре от 270 до 300°C, периодически перемешивая.

Натрия хлорид РО. NaCl. (М.м. 58,44).

К 1 объёму насыщенного раствора натрия хлорида прибавляют 2 объема хлористоводородной кислоты концентрированной. Полученные кристаллы собирают и промывают хлористоводородной кислотой 25%, которую удаляют нагреванием на кипящей водяной бане. Прокаливают до постоянной массы при температуре 300°C.

Сульфаниловая кислота PO.  $C_6H_7NO_3S$  . (Мм. 173,19).

Сульфаниловую кислоту перекристаллизовывают из кипящей воды, фильтруют и сушат до постоянной массы при температуре от 100 до 105°C.

Цинк PO. Zn. (А.м. 65,37).

Используют цинк с содержанием не менее 99,9% Zn.

## Титрованные растворы

### 1 М раствор азотной кислоты.

96,9 мл азотной кислоты концентрированной доводят водой до объёма 1000,0 мл.

Установка титра. 1,000 г натрия карбоната безводного PO растворяют в 50 мл воды, прибавляют 0,1 мл 0,1% раствора метилового оранжевого и титруют приготовленным раствором азотной кислоты до красновато-жёлтого окрашивания; кипятят в течение 2 мин, раствор снова приобретает жёлтую окраску, охлаждают и продолжают титрование до красновато-жёлтого окрашивания.

1 мл 1 М раствора азотной кислоты соответствует 53,00 мг  $Na_2CO_3$  .

0,1 М раствор аммония тиоцианата. 0,1 М раствор аммония роданида.

7,612 г аммония тиоцианата растворяют в воде и доводят объём раствора водой до 1000,0 мл.

Установка титра, К 20,0 мл 0,1 М раствора серебра нитрата прибавляют 25 мл воды, 2 мл 2 М раствора азотной кислоты, 2 мл 10% раствора железа аммония сульфата и титруют приготовленным раствором аммония тиоцианата до появления красновато-жёлтого окрашивания.

1 мл 0,1 М раствора серебра нитрата соответствует 7,612 мг  $NH_4SCN$  .

0,01 М раствор аммония тиоцианата. 0,01 М раствор аммония роданида.

100,0 мл 0,1 М раствора аммония тиоцианата разбавляют водой до объёма 1000,0 мл.

Установка титра. К 20,0 мл 0,01 М раствора серебра нитрата прибавляют 25 мл воды, 2 мл 2 М раствора азотной кислоты, 2 мл 10% раствора железа аммония сульфата и далее поступают, как указано при установке титра 0,1 М раствора аммония тиоцианата.

1 мл 0,01 М раствора серебра нитрата соответствует 0,7612 мг  $NH_4SCN$  .

### 0,1 М раствор аммония церия нитрата.

Раствор, содержащий 56 мл серной кислоты концентрированной и 54,82 г аммония церия нитрата, взбалтывают в течение 2 мин, прибавляют последовательно 5 порций, по 100 мл каждая, воды, перемешивая после каждого прибавления. Доводят объём раствора водой до 1000,0 мл. Титр полученного раствора устанавливают через 10 сут.

Установка титра. К 25,0 мл полученного раствора прибавляют 2 г калия йодида и 150 мл воды. Немедленно титруют 0,1 М раствором натрия тиосульфата, используя в качестве индикатора 1 мл 0,1% раствора крахмала.

1 мл 0,1 М раствора натрия тиосульфата соответствует 54,82 мг  $(NH_4)_2Ce(NO_3)_6$ .

Хранят в защищенном от света месте.

#### **0,01 М раствор аммония церия нитрата.**

К 100,0 мл 0,1 М раствора аммония церия нитрата прибавляют при охлаждении 30 мл серной кислоты концентрированной и доводят объем раствора водой до 1000,0 мл.

0,1 М раствор аммония церия сульфата.

65,0 г аммония церия сульфата растворяют в смеси 500 мл воды и 30 мл серной кислоты концентрированной, охлаждают и доводят объем раствора водой до 1000,0 мл.

Установка титра. К 25,0 мл полученного раствора прибавляют 2 г калия йодида и 150 мл воды. Немедленно титруют 0,1 М раствором натрия тиосульфата, используя в качестве индикатора 1 мл 0,1% раствора крахмала.

1 мл 0,1 М раствора натрия тиосульфата соответствует 63,26 мг  $2(NH_4)_2SO_4 \cdot Ce(SO_4)_2 \cdot 2H_2O$ .

#### **0,01 М раствор аммония церия сульфата.**

К 100,0 мл 0,1 М раствора аммония церия сульфата прибавляют при охлаждении 30 мл серной кислоты концентрированной и доводят объем раствора водой до 1000,0 мл.

0,05 М раствор бария перхлората.

15,8 г бария гидроксида растворяют в смеси 75 мл воды и 7,5 мл хлорной кислоты, доводят рН раствора до 3,0 хлорной кислотой и фильтруют, если необходимо. Прибавляют 150 мл спирта 96%, доводят объем раствора водой до 250 мл, затем доводят объем раствора буферным раствором рН 3,7 до 1000,0 мл.

Установка титра. К 5,0 мл 0,05 М раствора серной кислоты прибавляют 5 мл воды, 50 мл буферного раствора рН 3,7 и 0,5 мл 0,1% раствора ализарина S; титруют приготовленным раствором бария перхлората до появления оранжево-красного окрашивания. Определение титра проводят непосредственно перед использованием.

1 мл 0,05 М раствора серной кислоты соответствует 16,81 мг  $Ba(ClO_4)_2$ .

#### **0,025 М раствор бария перхлората.**

500,0 мл 0,05 М раствора бария перхлората доводят ацетатным буферным раствором рН 3,7 до объема 1000,0 мл.

#### **0,1 М раствор бария хлорида.**

24,4 г бария хлорида растворяют в воде и доводят объем раствора водой до 1000,0 мл.

Установка титра. К 10,0 мл приготовленного раствора бария хлорида прибавляют 60 мл воды, 3 мл аммиака раствора концентрированного 25%, от 0,5 до 1, мг фталейнового пурпурного и титруют 0,1 М раствором натрия эдетата. Когда окраска раствора начнет ослабевать, прибавляют 50 мл спирта 96% и продолжают титрование до исчезновения синевато-фиолетового окрашивания.

1 мл 0,1 М раствора натрия эдетата соответствует 24,43 мг  $BaCl_2 \cdot 2H_2O$ .

#### **0,004 М раствор бензэтония хлорида.**

1,792 г бензэтония хлорида, предварительно высушенного до постоянной массы при температуре от 100 до 105°C, растворяют в воде и доводят объем раствора водой до 1000,0 мл.

Установка титра. Вычисляют молярность раствора, исходя из содержания  $C_{27}H_{42}ClNO_2$  в высушенном бензэтония хлориде, определенного следующим образом. 0,350 г высушенного

вещества растворяют в 30 мл уксусной кислоты безводной, прибавляют 6 мл 3,19% раствора ртути (II) ацетата и титруют 0,1 М раствором хлорной кислоты, используя в качестве индикатора 0,05 мл 0,5% раствора кристаллического фиолетового. Параллельно проводят контрольный опыт.

1 мл 0,1 М раствора хлорной кислоты соответствует 44,81 мг  $C_{27}H_{42}ClNO_2$ .

0,0167 М (0,1 н.) раствор бромид-бромата. 0,05 М раствор брома. 2,7835 г калия бромата PO и 13 г калия бромида растворяют в воде и доводят объем раствора водой до 1000,0 мл.

#### **0,1 М раствор железа(III) аммония сульфата.**

50,0 г железа(III) аммония сульфата растворяют в смеси 300 мл воды и 6 мл серной кислоты концентрированной и доводят объем раствора водой до 1000,0 мл.

Установка титра. К 25,0 мл приготовленного раствора железа(III) аммония сульфата прибавляют 3 мл хлористоводородной кислоты концентрированной, 2 г калия йодида и через 10 мин титруют 0,1 М раствором натрия тиосульфата, используя в качестве индикатора 1 мл 0,1% раствора крахмала.

1 мл 0,1 М раствора натрия тиосульфата соответствует 48,22 мг  $FeNH_4(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$ .

#### **0,1 М раствор железа(II) сульфата.**

27,80 г железа(II) сульфата растворяют в 500 мл серной кислоты разведенной 9,8% и доводят объем раствора водой до 1000,0 мл.

Установка титра. К 25,0 мл приготовленного раствора железа(II) сульфата прибавляют 3 мл фосфорной кислоты концентрированной и тотчас титруют 0,02 М раствором калия перманганата. Определение титра проводят непосредственно перед использованием.

1 мл 0,02 М раствора калия перманганата соответствует 27,80 мг  $FeSO_4 \cdot 7H_2O$ .

#### **0,5 М (1 н.) раствор йода.**

127,0 г йода и 200 г калия йодида растворяют в воде и доводят объем раствора водой до 1000,0 мл.

Установка титра. К 2,0 мл полученного раствора прибавляют 1 мл 2 М раствора уксусной кислоты и 50 мл воды. Титруют 0,1 М раствором натрия тиосульфата, используя в качестве индикатора 1 мл 0,1% раствора крахмала.

1 мл 0,1 М раствора натрия тиосульфата соответствует 12,69 мг  $I_2$ .

Хранят в защищенном от света месте.

#### **0,1 М (0,2 н.) раствор йода.**

Около 25,5 г йода и 40 г калия йодида растворяют в воде и доводят объем раствора водой до 1000,0 мл.

Установка титра. К 10,0 мл полученного раствора прибавляют 1 мл 2 М раствора уксусной кислоты и 40 мл воды. Далее поступают, как указано при установке титра 0,5 М раствора йода.

1 мл 0,1 М раствора натрия тиосульфата соответствует 12,69 мг  $I_2$ .

Хранят в защищенном от света месте.

#### **0,05 М (0,1 н.) раствор йода.**

20 г калия йодида растворяют в минимальном количестве воды, прибавляют 12,7 г йода, растворяют при перемешивании и доводят объем раствора водой до 1000,0 мл.

Установка титра. К 20,0 мл полученного раствора прибавляют 1 мл 2 М раствора уксусной кислоты и 30 мл воды. Далее поступают, как указано при установке титра 0,5 М раствора йода.

1 мл 0,1 М раствора натрия тиосульфата соответствует 12,69 мг  $I_2$  .

Хранят в защищенном от света месте.

#### **0,01 М (0,02 н.) раствор йода.**

0,3 г калия йодида растворяют в 20,0 мл 0,05 М раствора йода и доводят объем раствора водой до 100,0 мл.

Установка титра. К 25,0 мл полученного раствора прибавляют 1 мл 2 М раствора уксусной кислоты и 25 мл воды и титруют 0,01 М раствором натрия тиосульфата, используя в качестве индикатора 1 мл 0,1% раствора крахмала.

1 мл 0,01 М раствора натрия тиосульфата соответствует 1,269 мг  $I_2$  .

#### **0,1 М раствор йода монохлорида (для определения йодного числа).**

11,06 г калия йодида и 7,10 г калия йодата помещают в склянку с притертой пробкой, прибавляют 50 мл воды и 50 мл концентрированной хлористоводородной кислоты, закрывают пробкой и встряхивают до полного растворения образующегося при реакции йода. Раствор переносят в делительную воронку и взбалтывают с 10 мл хлороформа. Если хлороформный слой окрашивается в фиолетовый цвет, то прибавляют при сильном взбалтывании по каплям 1% раствор калия йодата до обесцвечивания хлороформного слоя. Если же хлороформный слой остается бесцветным, то прибавляют по каплям 1% раствор калия йодида до появления бледно-розовой окраски. После отстаивания водный слой сливают в мерную колбу и доводят объем раствора водой до 1000,0 мл. Приготовленный раствор должен иметь лимонно-желтый цвет.

Установка титра. 25,0 мл приготовленного раствора йода монохлорида помещают в колбу с притертой пробкой, прибавляют 1 г калия йодида и оставляют в защищенном от света месте на 15 мин. Выделившийся йод титруют 0,1 М раствором натрия тиосульфата, используя в качестве индикатора 0,5-1 мл 1% раствора крахмала.

1 мл 0,1 М раствора натрия тиосульфата соответствует 12,69 мг  $I_2$  .

Титр раствора устанавливают каждый раз перед применением.

Хранят в сосудах темного стекла с притертыми пробками в защищенном от света месте.

#### **0,033 М (0,2 н.) раствор калия бромата.**

5,5110 г калия бромата PO растворяют в воде и доводят объем раствора водой до 1000,0 мл.

Установка титра. К 10,0 мл полученного раствора прибавляют 50 мл воды, 10 мл 16,6% раствора калия йодида и 5 мл 7 М раствора хлористоводородной кислоты. Титруют 0,1 М раствором натрия тиосульфата, используя в качестве индикатора 1 мл 0,1% раствора крахмала. Индикатор прибавляют в конце титрования.

1 мл 0,1 М раствора натрия тиосульфата соответствует 2,783 мг  $KBrO_3$  .

#### **0,02 М (0,12 н.) раствор калия бромата.**

3,340 г калия бромата PO растворяют в воде и доводят объем раствора водой до 1000,0 мл.

Установка титра. К 15,0 мл полученного раствора прибавляют 45 мл воды. Далее поступают, как указано при установке титра 0,033 М раствора калия бромата.

1 мл 0,1 М раствора натрия тиосульфата соответствует 2,783 мг  $KBrO_3$  .

#### **0,0167 М (0,1 н.) раствор калия бромата. 0,1 н. раствор калия бромата.**

2,7889 г калия бромата PO растворяют в воде и доводят объем раствора водой до 1000,0 мл.

Установка титра. К 20,0 мл полученного раствора прибавляют 40 мл воды. Далее поступают, как указано при установке титра 0,033 М раствора калия бромата.

**1 мл 0,1 М раствора натрия тиосульфата соответствует 2,783 мг  $KBrO_3$  .**

0,0083 М (0,05 н.) раствор калия бромата.

250,0 мл 0,033 М раствора калия бромата доводят водой до объема 1000,0 мл.

Установка титра. К 40,0 мл полученного раствора добавляют 20 мл воды. Далее поступают, как указано при установке титра 0,033 М раствора калия бромата.

**1 мл 0,1 М раствора натрия тиосульфата соответствует 2,783 мг  $KBrO_3$  .**

**1 М раствор калия гидроксида.**

60 г калия гидроксида растворяют в воде, свободной от углерода диоксида, и доводят объем раствора водой, свободной от углерода диоксида, до 1000,0 мл.

Установка титра. 20,0 мл приготовленного раствора калия гидроксида титруют 1 М раствором хлористоводородной кислоты, используя в качестве индикатора 0,5 мл 0,1% раствора фенолфталеина.

1 мл 1 М раствора хлористоводородной кислоты соответствует 56,11 мг КОН.

**0,1 М раствор калия гидроксида.**

6 г калия гидроксида растворяют в воде, свободной от углерода диоксида, и доводят объем раствора тем же растворителем до 1000,0 мл.

Установка титра. 20,0 мл приготовленного раствора калия гидроксида титруют 0,1 М раствором хлористоводородной кислоты, используя в качестве индикатора 0,5 мл 0,1% раствора фенолфталеина.

1 мл 0,1 М раствора хлористоводородной кислоты соответствует 5,611 мг КОН.

**0,5 М раствор калия гидроксида в спирте 60% (об/об).**

3 г калия гидроксида растворяют в спирте 60% (об/об), свободном от альдегидов, и доводят объем раствора тем же растворителем до 100,0 мл.

Установки титра. 20,0 мл приготовленного раствора калия гидроксида в спирте 60% (об/об) титруют 0,5 М раствором хлористоводородной кислоты, используя в качестве индикатора 0,5 мл 0,1% раствора фенолфталеина.

1 мл 0,5 М раствора хлористоводородной кислоты соответствует 28,06 мг КОН.

**0,5 М раствор калия гидроксида спиртовой. 0,5 М раствор кали едкого спиртовой.**

3 г калия гидроксида растворяют в 5 мл воды и доводят объем раствора спиртом 96%, свободным от альдегидов, до 100,0 мл.

Установка титра. 20,0 мл приготовленного раствора калия гидроксида спиртового титруют 0,5 М раствором хлористоводородной кислоты, используя в качестве индикатора 0,5 мл 0,1% раствора фенолфталеина.

1 мл 0,5 М раствора хлористоводородной кислоты соответствует 28,06 мг КОН.

**0,1 М раствор калия гидроксида спиртовой. 0,1 М раствор кали едкого спиртовой.**

20,0 мл 0,5 М раствора калия гидроксида спиртового доводят спиртом 96%, свободным от альдегидов, до объема 100,0 мл.

Установка титра. 20,0 мл полученного раствора титруют 0,1 М раствором хлористоводородной кислоты, используя в качестве индикатора 0,5 мл 0,1% раствора фенолфталеина.

1 мл 0,1 М раствора хлористоводородной кислоты соответствует 5,611 мг КОН.

**0,01 М раствор калия гидроксида спиртовой.**

2,0 мл 0,5 М раствора калия гидроксида спиртового доводят спиртом 96%, свободным от



альдегидов, до объема 100,0 мл.

0,1 М раствор калия гидрофталата.

20,42 г калия гидрофталата PO растворяют в 800 мл уксусной кислоты безводной, полученный раствор нагревают на водяной бане до растворения, защищая от действия влаги. Охлаждают до температуры 20°C и доводят объем раствора уксусной кислотой безводной до 1000,0 мл.

#### **0,0167 М (0,1 н.) раствор калия дихромата.**

4,90 г калия дихромата растворяют в воде и доводят объем раствора водой до 1000,0 мл.

Установка титра. К 20,0 мл приготовленного раствора калия дихромата прибавляют 1 г калия йодида, 7 мл хлористоводородной кислоты разведенной 7,3%, 250 мл воды и титруют 0,1 М раствором натрия тиосульфата до перехода окраски от синей к светло-зеленой, используя в качестве индикатора 3 мл 0,1% раствора крахмала.

1 мл 0,1 М раствора натрия тиосульфата соответствует 4,903 мг  $K_2Cr_2O_7$  .

#### **0,05 М раствор калия йодата.**

10,7 г калия йодата растворяют в воде и доводят объем раствора водой до 1000,0 мл.

Установка титра. 25,0 мл приготовленного раствора калия йодата доводят водой до объема 100,0 мл. К 20,0 мл полученного раствора прибавляют 2 г калия йодида, 10 мл серной кислоты разведенной 9,8%. и титруют 0,1 М раствором натрия тиосульфата, используя в качестве индикатора 1 мл 0,1% раствора крахмала. Индикатор прибавляют в конце титрования.

1 мл 0,1 М раствора натрия тиосульфата соответствует 3,567 мг  $KIO_3$  .

#### **0,0167 М (0,1 н.) раствор калия йодата.**

3,567 г калия йодата растворяют в воде и доводят объем раствора водой до 1000,0 мл.

Установка титра. 20,0 мл приготовленного раствора калия йодата помещают в колбу с притертой пробкой, прибавляют 100 мл воды, 25 мл серной кислоты разведенной 9,8%, 2 г калия йодида и оставляют на 10 мин в защищенном от света месте. Выделившийся йод титруют 0,1 М раствором натрия тиосульфата, используя в качестве индикатора 1 мл 0,1% раствора крахмала. Индикатор прибавляют в конце титрования.

1 мл 0,1 М раствора натрия тиосульфата соответствует 3,567 мг  $KIO_3$  .

Хранят в сосудах темного стекла с притертыми пробками в защищенном от света месте.

#### **0,001 М раствор калия йодида.**

10,0 мл раствора калия йодида 166 г/л доводят водой до объема 100,0 мл. 5,0 мл полученного раствора доводят водой до объема 500,0 мл.

0,02 М раствор калия перманганата. 0,1 н. раствор калия перманганата.

3,2 г калия перманганата растворяют в воде и доводят объем раствора водой до 1000,0 мл; полученный раствор нагревают на водяной бане в течение 1 ч, охлаждают и фильтруют через стеклянный фильтр.

Установка титра. К 20,0 мл приготовленного раствора калия перманганата прибавляют 2 г калия йодида, 10 мл серной кислоты разведенной 9,8% и титруют 0,1 М раствором натрия тиосульфата, используя в качестве индикатора 1 мл 0,1% раствора крахмала. Индикатор прибавляют в конце титрования.

1 мл 0,1 М раствора тиосульфата натрия соответствует 3,161 мг  $KMnO_4$  .

Титр устанавливают непосредственно перед использованием.

Хранят в защищенном от света месте.

### **0,1 М раствор лития метоксида.**

0,694 г лития небольшими порциями растворяют в 150 мл метанола безводного и доводят объем раствора толуолом до 1000,0 мл.

Установка титра. К 10,0 мл диметилформамида прибавляют 0,05 мл 0,3% раствора тимолового синего в метаноле и титруют приготовленным раствором лития метоксида до получения синего окрашивания раствора. Немедленно прибавляют 0,200 г бензойной кислоты РО, перемешивают до растворения и титруют приготовленным раствором лития метоксида до повторного получения синего окрашивания раствора. Во время титрования раствор защищают от атмосферного углерода диоксида. Титр раствора лития метоксида устанавливают по объему титранта, израсходованного в повторном титровании.

1 мл 0,1 М раствора лития метоксида соответствует 12,21 мг  $C_7H_6O_2$  .

Титр устанавливают непосредственно перед использованием.

### **0,05 М раствор магния сульфата.**

12,5 г магния сульфата растворяют в достаточном количестве воды и доводят объем раствора водой до 1000,0 мл.

Установка титра. 40,0 мл полученного раствора доводят водой до объема 300 мл. Прибавляют 10 мл аммонийного буфера рН 10,0 и 50 мг тритурации эриохрома черного. Нагревают до 40°C и титруют при этой температуре 0,1 М раствором натрия эдетата до перехода окраски от фиолетовой к синей.

1 мл 0,1 М раствора натрия эдетата соответствует 24,65 мг  $MgSO_4 \cdot 7H_2O$  .

### **0,1 М раствор магния хлорида.**

20,33 г магния хлорида растворяют в воде и доводят объем раствора водой до 1000,0 мл.

Установка титра. 25,0 мл полученного раствора доводят водой до 300 мл. Прибавляют 10 мл аммонийного буфера рН 10,0 и 50 мг тритурации эриохрома черного. Нагревают до 40°C и титруют при этой температуре 0,1 М раствором натрия эдетата до перехода окраски от фиолетовой к синей.

1 мл 0,1 М раствора натрия эдетата соответствует 20,33 мг  $MgCl_2 \cdot 6H_2O$  .

### **0,02 М раствор меди сульфата.**

5,0 г меди сульфата растворяют в воде и доводят объем раствора водой до 1000,0 мл.

Установка титра. К 20,0 мл полученного раствора меди сульфата прибавляют 2 г натрия ацетата, 0,1 мл 0,1% раствора пиридилазонафтаола и титруют 0,02 М раствором натрия эдетата до перехода окраски от фиолетово-синей до ярко-зеленой; вблизи точки эквивалентности титруют медленно.

1 мл 0,02 М раствора натрия эдетата соответствует 4,994 мг  $CuSO_4 \cdot 5H_2O$  .

### **0,1 М раствор натрия арсенита.**

4,946 г мышьяка оксида РО растворяют в смеси 20 мл 10 М раствора натрия гидроксида и 20 мл воды, доводят объем раствора водой до 400,0 мл и нейтрализуют хлористоводородной кислотой разведенной 7,3% по лакмусовой бумаге. Растворяют в полученном растворе 2,0 г натрия гидрокарбоната и доводят объем раствора водой до 500,0 мл.

0,025 М раствор натрия арсенита.

25 мл 0,1 М раствор натрия арсенита доводят водой до 100 мл.

### **0,001 М раствор натрия додецилсульфата.**

0,2884 г натрия додецилсульфата, в пересчете на высушенное вещество (105°C в течение 2 ч), растворяют в воде и доводят объем раствора водой до 1000,0 мл.

Установка титра. К 50,0 мл полученного раствора прибавляют 15 мл хлороформа, 10 мл 1 М раствора серной кислоты и 1 мл раствора, содержащего по 0,003% диметилового желтого и орацетового синего В в хлороформе. Титруют 0,004 М раствором бензэтония хлорида при энергичном встряхивании и разделении слоев после каждого добавления титранта до тех пор, пока хлороформный слой не приобретет постоянный (неисчезающий) зеленый цвет.

1 мл 0,004 М раствора бензэтония хлорида соответствует 1,154 мг  $C_{12}H_{25}NaO_4S$ .

**1 М раствор натрия гидроксида. 1 М раствор натра едкого.**

42 г натрия гидроксида растворяют в воде, свободной от углерода диоксида, и доводят объем раствора водой до 1000,0 мл.

Проверка на содержание карбонатов. 45,0 мл 1 М раствора хлористоводородной кислоты титруют приготовленным раствором натрия гидроксида (индикатор - фенолфталеин). К оттитрованному раствору прибавляют по каплям 1 М раствор хлористоводородной кислоты до исчезновения розового окрашивания и упаривают при кипячении до объема ~20 мл. В процессе кипячения при возникновении розового окрашивания прибавляют 1 М раствор хлористоводородной кислоты до обесцвечивания. Раствор охлаждают и, при наличии розовой окраски, прибавляют 1 М раствор хлористоводородной кислоты до обесцвечивания. Суммарное количество прибавленного 1 М раствора хлористоводородной кислоты не должно превышать 0,1 мл.

Установка титра (1). 20,0 мл 1 М раствора хлористоводородной кислоты титруют полученным раствором натрия гидроксида, используя в качестве индикатора 0,5-1,0 мл 1% раствора фенолфталеина.

**1 мл 1 М раствора хлористоводородной кислоты соответствует 40,00 мг NaOH.**

Установка титра (2). Около 5,00 г (точная навеска) калия гидрофталата PO, предварительно тонко измельченного и высушенного при температуре 120°C в течение 2 ч, растворяют в 75 мл воды и титруют приготовленным раствором натра едкого (индикатор - фенолфталеин).

1 мл 1 М раствора натрия гидроксида соответствует 204,22 мг  $C_8H_5KO_4$ .

Титр устанавливают непосредственно перед использованием.

Хранить в плотно закрытых ёмкостях из тёмного стекла.

**0,5 М раствор натрия гидроксида. 0,5 М раствор натра едкого.**

21 г натрия гидроксида растворяют в воде, свободной от углерода диоксида, и доводят объем раствора той же водой до 1000,0 мл.

Проверка на содержание карбонатов. Проводят, как описано при приготовлении 1 М раствора натрия гидроксида. Для определения берут 45,0 мл 0,5 М раствора хлористоводородной кислоты.

Установка титра (1). 10,0 мл 0,5 М раствора хлористоводородной кислоты титруют, как указано при определении титра 1 М раствора натрия гидроксида.

1 мл 0,5 М раствора хлористоводородной кислоты соответствует 20,00 мг NaOH.

Установка титра (2). Около 2,50 г (точная навеска) калия гидрофталата PO, предварительно тонко измельченного и высушенного при температуре 120°C в течение 2 ч, растворяют в 50 мл воды. Далее поступают, как указано при установке титра 1 М раствора натрия гидроксида.

1 мл 0,5 М раствора натрия гидроксида соответствует 102,11 мг  $C_8H_5KO_4$ .

Хранить в плотно закрытых ёмкостях из тёмного стекла.

**0,1 М раствор натрия гидроксида. 0,1 М раствор натра едкого.**

100,0 мл 1 М раствора натрия гидроксида доводят водой, свободной от углерода диоксида, до объема 1000,0 мл.

Проверка на содержание карбонатов. Проводят, как описано при приготовлении 1 М раствора

натрия гидроксида. Для определения берут 45 мл 0,1 М раствора хлористоводородной кислоты.

Установка титра (1). 10,0 мл 0,1 М раствора хлористоводородной кислоты титруют, как указано при определении титра 1 М раствора натрия гидроксида.

1 мл 0,1 М раствора хлористоводородной кислоты соответствует 4,00 мг NaOH.

Установка титра (2). Около 0,50 г (точная навеска) калия гидрофталата PO, предварительно тонко измельченного и высушенного при температуре 120°C в течение 2 ч, растворяют в 30 мл воды. Далее поступают, как указано при установке титра 1 М раствора натрия гидроксида.

1 мл 0,1 М раствора натрия гидроксида соответствует 20,42 мг  $C_8H_5KO_4$  .

Хранить в плотно закрытых ёмкостях из тёмного стекла.

#### **0,05 М раствор натрия гидроксида. 0,05 М раствор натра едкого.**

50,0 мл 1 М раствора натрия гидроксида доводят водой, свободной от углерода диоксида, до объема 1000,0 мл.

Проверка на содержание карбонатов. Проводят, как описано при приготовлении 1 М раствора натрия гидроксида. Для определения берут 45 мл 0,05 М раствора хлористоводородной кислоты.

Установка титра (1). 10,0 мл 0,05 М раствора хлористоводородной кислоты титруют, как указано при определении титра 1 М раствора натрия гидроксида.

Установка титра (2). Около 0,25 г (точная навеска) калия гидрофталата PO, предварительно тонко измельченного и высушенного при температуре 120°C в течение 2 ч, растворяют в 30 мл воды. Далее поступают, как указано при установке титра 1 М раствора натрия гидроксида.

1 мл 0,05 М раствора натрия гидроксида соответствует 10,21 мг  $C_8H_5KO_4$  .

Хранить в плотно закрытых емкостях из темного стекла.

#### **0,02 М раствор натрия гидроксида. 0,02 М раствор натра едкого.**

20,0 мл 1 М раствора натрия гидроксида доводят водой, свободной от углерода диоксида, до объема 1000,0 мл.

Проверка на содержание карбонатов. Проводят, как описано при приготовлении 1 М раствора натрия гидроксида. Для определения берут 45 мл 0,02 М раствора хлористоводородной кислоты.

Установка титра. Около 0,10 г (точная навеска) калия гидрофталата PO, предварительно тонко измельченного и высушенного при температуре 120°C в течение 2 ч, растворяют в 30 мл воды. Далее поступают, как указано при установке титра 1 М раствора натрия гидроксида.

1 мл 0,02 М раствора натрия гидроксида соответствует 4,084 мг  $C_8H_5KO_4$  .

Хранить в плотно закрытых ёмкостях из тёмного стекла.

#### **0,01 М раствор натрия гидроксида. 0,01 М раствор натра едкого.**

10,0 мл 1 М раствора натрия гидроксида доводят водой, свободной от углерода диоксида, до объема 1000,0 мл.

Проверка на содержание карбонатов. Проводят, как описано при приготовлении 1 М раствора натрия гидроксида. Для определения берут 45 мл 0,01 М раствора хлористоводородной кислоты.

Установка титра. Около 0,05 г (точная навеска) калия гидрофталата PO, предварительно тонко измельченного и высушенного при температуре 120°C в течение 2 ч, растворяют в 30 мл воды. Далее поступают, как указано при установке титра 1 М раствора натрия гидроксида.

1 мл 0,01 М раствора натрия гидроксида соответствует 2,042 мг  $C_6H_5KO_4$  .

Хранить в плотно закрытых ёмкостях из тёмного стекла.

### **0,1 М раствор натрия гидроксида этанольный.**

К 250 мл этанола безводного (спирт абсолютный) прибавляют 3,3 г 10 М раствора натрия гидроксида.

Установка титра, 0,200 г (точная навеска) бензойной кислоты РО растворяют в 2 мл воды и 10 мл спирта 96% и титруют приготовленным раствором натрия гидроксида этанольным, используя в качестве индикатора 0,2 мл 0,1% раствора тимолфталеина.

1 мл 0,1 М раствора натрия гидроксида этанольного соответствует 12,21 мг  $C_7H_6O_2$  .

Титр устанавливают непосредственно перед использованием.

Хранить в плотно закрытых емкостях из темного стекла.

### **0,1 М раствор натрия гидроксида в смеси метанола и бензола.**

4,2 г натрия гидроксида растворяют в 100 мл метанола в мерной колбе вместимостью 1000,0 мл. Объем раствора доводят бензолом и метанолом до метки, прибавляя их попеременно при помешивании. Соотношение метанола и бензола при приготовлении раствора должно быть примерно 1:4.

**Примечание.** В случае получения непрозрачного раствора его оставляют на 12 ч, после чего прозрачную жидкость быстро сливают с осадка.

Установка титра. Около 0,100 г (точная навеска) бензойной кислоты РО растворяют в 20 мл диметилформаида, нейтрализованного непосредственно перед титрованием по 1% раствору тимолового синего в диметилформаиде, и титруют приготовленным раствором натрия гидроксида в присутствии того же индикатора до перехода окраски от желтой к синей.

1 мл 0,1 М раствора натрия гидроксида соответствует 12,21 мг  $C_7H_6O_2$  .

Титр устанавливают непосредственно перед использованием.

**Примечание.** Установку титра следует проводить в тщательно закрытых сосудах. Титрование рекомендуется проводить в атмосфере инертного газа.

Хранить в плотно закрытых емкостях из темного стекла.

### **0,1 М раствор натрия метоксида.**

175 мл метанола безводного охлаждают в ледяной воде и прибавляют небольшими порциями около 2,5 г свеженарезанного натрия; когда металл растворится, доводят объем раствора толуолом до 1000,0 мл.

Установка титра. К 10 мл диметилформаида прибавляют 0,05 мл 0,3% раствора тимолового синего в метаноле и титруют приготовленным раствором натрия метоксида до синего окрашивания. Тотчас прибавляют 0,200 г (точная навеска) бензойной кислоты РО, перемешивают до растворения и титруют приготовленным раствором натрия метоксида до повторного получения синего окрашивания. Во время титрования раствор защищают от атмосферного углерода диоксида. Титр раствора натрия метоксида устанавливают по объему титранта, израсходованного в повторном титровании.

1 мл 0,1 М раствора натрия метоксида соответствует 12,21 мг  $C_7H_6O_2$  .

Титр устанавливают непосредственно перед использованием.

### **0,1 М раствор натрия нитрита.**

7,5 г натрия нитрита растворяют в воде и доводят объем раствора водой до 1000,0 мл.

Установка титра. 0,300 г (точная навеска) сульфаниловой кислоты РО растворяют в 50 мл 2 М раствора хлористоводородной кислоты, прибавляют 3 г калия бромиды и охлаждают в бане со льдом. Полученный раствор титруют приготовленным раствором натрия нитрита, устанавливая конечную точку титрования электрометрически, используя в качестве индикаторного платиновый

электрод, а в качестве электрода сравнения - хлорсеребряный или насыщенный каломельный, или с помощью внутренних индикаторов и внешнего индикатора (йодкрахмальная бумага). Титрование с тропеолином 00 проводят до перехода окраски от красной к желтой, со смесью тропеолина 00 с метиленовым синим - от красно-фиолетовой к голубой, с нейтральным красным - от красно-фиолетовой к синей. Выдержку в конце титрования с нейтральным красным увеличивают до 2 мин.

Титрование с йодкрахмальной бумагой ведут до тех пор, пока капля титруемого раствора, взятая через 1 мин после прибавления раствора нитрита натрия, не будет немедленно вызывать синее окрашивание на бумаге. Параллельно проводят контрольный опыт. В некоторых случаях выдержка может быть увеличена, о чем должно быть указано в фармакопейной статье.

1 мл 0,1 М раствора натрия нитрита соответствует 17,32 мг  $C_6H_7NO_3S$ .

#### **0,1 М раствор натрия периодата.**

21,4 г натрия периодата растворяют в 500 мл воды и доводят объем раствора водой до 1000,0 мл.

Установка титра. К 20,0 мл приготовленного раствора прибавляют 5 мл хлорной кислоты, закрывают колбу пробкой и перемешивают. Доводят pH раствора до 6,4 насыщенным раствором натрия гидрокарбоната. Прибавляют 10 мл 16,6% раствора калия йодида, закрывают пробкой, перемешивают, выдерживают 2 мин и титруют 0,025 М раствором натрия арсенита до слабозеленого окрашивания, затем прибавляют 2 мл раствора крахмала и титруют до обесцвечивания раствора.

1 мл 0,025 М раствора натрия арсенита соответствует 5,348 мг  $NaIO_4$ .

#### **0,1 М раствор натрия тиосульфата.**

25 г натрия тиосульфата и 0,2 г натрия карбоната растворяют в воде, свободной от углерода диоксида, и доводят объем раствора той же водой до 1000,0 мл.

Установка титра,

Способ 1. К 20,0 мл 0,0167 М раствора калия бромата прибавляют 40 мл воды, 10 мл 16,6% раствора калия йодида, 5 мл 7 М раствора хлористоводородной кислоты и титруют приготовленным раствором натрия тиосульфата, используя в качестве индикатора 1 мл 0,1% раствора крахмала. Индикатор прибавляют в конце титрования.

1 мл 0,1 М раствора натрия тиосульфата соответствует 2,784 мг  $KBrO_3$ .

Способ 2. Около 0,15 г (точная навеска) калия дихромата  $PO$  растворяют в 50 мл воды в колбе с притертой пробкой, прибавляют 2 г калия йодида, 5 мл хлористоводородной кислоты 25%, закрывают пробкой, смоченной 10% раствором калия йодида, и оставляют в защищенном от света месте на 10 мин. Прибавляют 100 мл воды, промывая пробку водой, и титруют приготовленным раствором натрия тиосульфата до зеленовато-желтого окрашивания. Затем прибавляют 2 мл раствора крахмала и продолжают титровать до перехода синей окраски в светло-зеленую.

1 мл 0,1 М раствора натрия тиосульфата соответствует 4,903 мг  $K_2Cr_2O_7$ .

Хранят в сосудах темного стекла с притертыми пробками в защищенном от света и углекислоты месте.

#### **0,005 М раствор натрия тиосульфата.**

25,0 мл 0,1 М раствора натрия тиосульфата доводят водой, свободной от углерода диоксида, до объема 500,0 мл.

Используют свежеприготовленный раствор.

Установка титра.

Способ 1. К 5,0 мл 0,0083 М раствора калия бромата прибавляют 35 мл воды, 10 мл 16,6%

раствора калия йодида, 5 мл 7 М раствора хлористоводородной кислоты и титруют приготовленным раствором натрия тиосульфата, используя в качестве индикатора 1 мл 0,1% раствора крахмала. Индикатор прибавляют в конце титрования.

1 мл 0,005 М раствора натрия тиосульфата соответствует 0,139 мг  $KBrO_3$ .

Способ 2. Около 0,15 г (точная навеска) калия дихромата PO растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 250 мл, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают. 25 мл полученного раствора калия дихромата помещают в колбу с притертой пробкой, прибавляют 0,2 г калия йодида, 3 мл хлористоводородной кислоты 25%, закрывают пробкой, смоченной 10% раствором калия йодида, и оставляют в защищенном от света месте на 10 мин. Прибавляют 50 мл воды, промывая пробку водой, и титруют как описано при установке титра 0,1 М раствора натрия тиосульфата по способу 2.

1 мл 0,005 М раствора натрия тиосульфата соответствует 0,2452 мг  $K_2Cr_2O_7$ .

#### **0,1 М раствор натрия эдетата. 0,1 М раствор трилона Б.**

37,5 г натрия эдетата растворяют в 500 мл воды, прибавляют 100 мл 1 М раствора натрия гидроксида и доводят объем раствора водой до 1000,0 мл.

Установка титра. 0,120 г цинка PO растворяют в 4 мл 7 М раствора хлористоводородной кислоты и прибавляют 0,1 мл бромной воды; избыток брома удаляют кипячением, прибавляют 2 М раствор натрия гидроксида до слабокислой или нейтральной реакции, разбавляют водой до 200 мл, прибавляют 50 мг индикаторной смеси ксиленолового оранжевого и достаточное количество гексаметилентетрамина до фиолетово-розового окрашивания, прибавляют ещё 2 г гексаметилентетрамина и титруют приготовленным раствором натрия эдетата до изменения окраски от фиолетово-розовой к жёлтой.

1 мл 0,1 М раствора натрия эдетата соответствует 6,54 мг Zn.

#### **0,05 М раствор натрия эдетата. 0,05 М раствор трилона Б.**

18,6 г натрия эдетата растворяют в воде и доводят объем раствора водой до 1000,0 мл.

Установка титра. 0,060 г цинка PO растворяют в 4 мл 7 М раствора хлористоводородной кислоты и добавляют 0,1 мл бромной воды. Далее поступают, как указано при установке титра 0,1 М раствора натрия эдетата.

1 мл 0,05 М раствора натрия эдетата соответствует 3,269 мг Zn.

#### **0,02 М раствор натрия эдетата.**

7,444 г натрия эдетата растворяют в воде и доводят объем раствора водой до 1000,0 мл.

Установка титра. 0,030 г цинка PO растворяют в 4 мл 7 М раствора хлористоводородной кислоты и добавляют 0,1 мл бромной воды. Далее поступают, как указано при установке титра 0,1 М раствора натрия эдетата.

1 мл 0,02 М раствора натрия эдетата соответствует 1,308 мг Zn.

#### **0,05 М (0,1 н.) раствор ртути(II) нитрата. 0,05 М раствор ртути окисной нитрата.**

17,2 г ртути(II) нитрата растворяют в 50 мл 1 М раствора азотной кислоты и разбавляют водой до 1000,0 мл.

Установка титра. 0,150 г (точная навеска) натрия хлорида PO растворяют в 50 мл воды и титруют приготовленным раствором ртути(II) нитрата, используя в качестве индикатора 0,5 мл 1% спиртового раствора дифенилкарбазона.

1 мл 0,05 М раствора ртути окисной нитрата соответствует 5,844 мг NaCl.

#### **0,1 М раствор серебра нитрата.**

17,0 г серебра нитрата растворяют в воде и доводят объем раствора водой до 1000,0 мл.

Установка титра.

Способ 1. 0,150 г (точная навеска) натрия хлорида PO растворяют в 50 мл воды и титруют приготовленным раствором серебра нитрата до появления красноватого осадка, используя в качестве индикатора 5% раствор калия хромата. Параллельно проводят контрольный опыт.

1 мл 0,1 М раствора серебра нитрата соответствует 5,844 мг NaCl.

Способ 2. 0,100 г (точная навеска) натрия хлорида PO растворяют в 30 мл воды и титруют потенциометрически приготовленным раствором нитрата серебра. Параллельно проводят контрольный опыт.

1 мл 0,1 М раствора нитрата серебра соответствует 5,844 мг NaCl.

Хранят в защищенном от света месте.

#### **0,01 М раствор серебра нитрата.**

50,0 мл 0,1 М раствора серебра нитрата разбавляют водой до объёма 500,0 мл.

#### **0,001 М раствор серебра нитрата.**

5,0 мл 0,1 М раствора серебра нитрата доводят водой до объёма 500,0 мл.

#### **0,5 М (1 н.) раствор серной кислоты.**

30 мл серной кислоты концентрированной осторожно вливают в воду и доводят объём раствора водой до 1000,0 мл.

Установка титра. 1,000 г (точная навеска) натрия карбоната безводного PO растворяют в 50 мл воды, прибавляют 0,1 мл 0,1% раствора метилового оранжевого (раствор окрашивается в жёлтый цвет). Титруют приготовленным раствором серной кислоты до красновато-жёлтого окрашивания. Кипятят около 2 мин (раствор снова приобретает жёлтое окрашивание), охлаждают и титруют вновь до повторного появления красновато-жёлтого окрашивания.

1 мл 0,5 М раствора серной кислоты соответствует 53,00 мг  $NaCO_3$ .

#### **0,05 М (0,1 н.) раствор серной кислоты.**

100,0 мл 0,5 М раствора серной кислоты доводят водой до объёма 1000,0 мл.

#### **0,1 М раствор свинца(II) нитрата.**

33 г свинца(II) нитрата растворяют в воде и доводят объём раствора водой до 1000,0 мл.

Установка титра. К 20,0 мл приготовленного раствора свинца нитрата прибавляют 300 мл воды, 50 мг тритурации ксиленолового оранжевого и достаточное количество гексаметилентетрамина до появления фиолетово-розового окрашивания. Титруют 0,1 М раствором натрия эдетата до появления жёлтого окрашивания.

1 мл 0,1 М раствора натрия эдетата соответствует 33,12 мг  $Pb(NO_3)_2$ .

#### **0,05 М раствор свинца(II) нитрата.**

16,5 г свинца(II) нитрата растворяют в достаточном количестве воды и доводят объём раствора водой до 1000,0 мл.

Установка титра. К 50,0 мл приготовленного раствора добавляют 300 мл воды. Далее поступают, как указано в установке титра 0,1 М раствора свинца нитрата.

#### **0,1 М раствор тетрабутиламмония гидроксида.**

40 г тетрабутиламмония йодида растворяют в 90 мл метанола безводного, прибавляют 20 г тонко измельченного серебра оксида и энергично встряхивают в течение 1 ч. Центрифугируют несколько миллилитров смеси и проводят испытание жидкости над осадком на йодиды. При получении положительной реакции дополнительно прибавляют 2 г серебра оксида и встряхивают в течение последующих 30 мин; эту процедуру повторяют до тех пор, пока жидкость не будет



свободна от йодидов. Смесь фильтруют через стеклянный фильтр, промывают реакционный сосуд и фильтр 3 порциями, по 50 мл каждая, толуола. К полученному фильтрату прибавляют промывной толуол и доводят объем раствора толуолом до 1000,0 мл. Через раствор пропускают сухой азот, свободный от углерода диоксида, в течение 5 мин.

Установка титра. К 10 мл диметилформамида прибавляют 0,05 мл 0,3% раствора тимолового синего в метаноле и титруют приготовленным раствором тетрабутиламмония гидроксида до чистого синего окрашивания. Тотчас прибавляют 0,200 г (точная навеска) бензойной кислоты PO, перемешивают до растворения и продолжают титрование до синего окрашивания. Титр раствора тетрабутиламмония гидроксида устанавливают по объему титранта, израсходованного в повторном титровании.

1 мл 0,1 М раствора тетрабутиламмония гидроксида соответствует 12,21 мг  $C_7H_6O_2$ .

Титр устанавливают непосредственно перед использованием.

#### **0,1 М раствор тетрабутиламмония гидроксида в 2-пропанол.**

Раствор готовят, как указано для 0,1 М раствора тетрабутиламмония гидроксида, используя в качестве растворителя 2-пропанол вместо толуола.

Установка титра. Титр устанавливают, как указано для 0,1 М раствора тетрабутиламмония гидроксида.

#### **0,01 М раствор тетрабутиламмония йодида.**

4 г тетрабутиламмония йодида растворяют в достаточном количестве воды и доводят объем раствора водой до 1000,0 мл.

Установка титра. К 25,0 мл приготовленного раствора прибавляют 50 мл 0,01 М раствора серебра нитрата, 0,5 мл 2 М раствора азотной кислоты и титруют избыток серебра нитрата 0,01 М раствором аммония тиоцианата, используя в качестве индикатора 0,5 мл 0,2% раствора железа(III) аммония сульфата.

1 мл 0,01 М раствора серебра нитрата соответствует 3,694 мг  $C_{16}H_{36}IN$ .

#### **0,1 М раствор тетраэтиламмония гидроксида.**

30 г тетраэтиламмония йодида растворяют в 200 мл метанола и встряхивают в течение 1 ч с 25 г тонко измельченного серебра оксида в стеклянном сосуде с притертой пробкой. По окончании встряхивания центрифугируют несколько миллилитров смеси и раствор испытывают на присутствие йодидов. При положительной реакции к основному раствору прибавляют еще 5 г серебра оксида и снова встряхивают 30 мин; эту процедуру повторяют до тех пор, пока жидкость не будет свободна от йодидов; смесь фильтруют через стеклянный фильтр. Реакционную колбу ополаскивают 3 порциями, по 50 мл каждая, сухого бензола, бензольный раствор фильтруют через тот же фильтр и прибавляют к фильтрату. Фильтрат доводят бензолом до объема 1000,0 мл. Через полученный раствор пропускают сухой азот, свободный от углерода диоксида, в течение 5 мин.

Установка титра. К смеси 5 мл метанола и 20 мл ацетона прибавляют 0,05 мл 0,3% раствора тимолового синего в метаноле и титруют приготовленным раствором тетраэтиламмония гидроксида до чистого синего окрашивания. Сразу же прибавляют 0,200 г (точная навеска) бензойной кислоты PO, перемешивают до растворения и продолжают титрование до синего окрашивания. Титр устанавливают по объему титранта, израсходованного при повторном титровании.

1 мл 0,1 М раствора тетраэтиламмония гидроксида соответствует 12,21 мг  $C_7H_6O_2$ .

#### **1 М раствор хлористоводородной кислоты.**

87,0 мл хлористоводородной кислоты концентрированной доводят водой до объема 1000,0 мл.

Установка титра. 1,000 г (точная навеска) натрия карбоната безводного PO растворяют в 50 мл воды, прибавляют 0,1 мл 0,1% раствора метилового оранжевого (раствор окрашивается в желтый цвет) и титруют приготовленным раствором хлористоводородной кислоты до красновато-желтого

окрашивания. Кипятят в течение 2 мин (раствор снова приобретает жёлтое окрашивание), охлаждают и продолжают титрование до красновато- жёлтого окрашивания.

1 мл 1 М раствора хлористоводородной кислоты соответствует 53,00 мг  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  .

**0,5 М раствор хлористоводородной кислоты.**

43,5 мл концентрированной хлористоводородной кислоты доводят водой до объема 1000,0 мл.

Установка титра. 0,600 г (точная навеска) натрия карбоната безводного PO растворяют в 100 мл воды. Далее поступают, как при установке титра 1 М раствора хлористоводородной кислоты.

1 мл 0,5 М раствора хлористоводородной кислоты соответствует 26,50 мг  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  .

**0,1 М раствор хлористоводородной кислоты.**

100,0 мл 1 М раствора хлористоводородной кислоты доводят водой до объёма 1000,0 мл.

1 мл 0,1 М раствора хлористоводородной кислоты соответствует 5,30 мг  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  .

**0,01 М раствор хлористоводородной кислоты.**

10,0 мл 1 М раствора хлористоводородной кислоты доводят водой до объёма 1000,0 мл.

1 мл 0,01 М раствора хлористоводородной кислоты соответствует 0,53 мг  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  .

**0,1 М раствор хлористоводородной кислоты спиртовой.**

9,0 мл хлористоводородной кислоты концентрированной доводят спиртом 96%, свободным от альдегидов, до объёма 1000,0 мл.

**0,1 М раствор хлорной кислоты.**

К 900 мл уксусной кислоты ледяной прибавляют 8,5 мл 70% или 11 мл 60% раствора хлорной кислоты, перемешивают, добавляют 30 мл уксусного ангидрида и доводят объем раствора уксусной кислотой ледяной до 1000,0 мл, перемешивают и оставляют на 24 ч. Содержание воды определяют методом К. Фишера без добавления метанола и, если необходимо, прибавляют воду или уксусный ангидрид до содержания воды от 0,1 до 0,2%. Оставляют на 24 ч.

Установка титра. 0,350 г (точная навеска) калия гидрофталата PO растворяют в 50 мл уксусной кислоты безводной, если необходимо, осторожно нагревая, охлаждают и титруют приготовленным раствором хлорной кислоты, используя в качестве индикатора 0,05 мл 0,5% раствора кристаллического фиолетового, до перехода фиолетовой окраски раствора в голубовато-зелёную.

1 мл 0,1 М раствора хлорной кислоты соответствует 20,42 мг  $\text{C}_8\text{H}_5\text{KO}_4$  .

Примечание. Если температура, при которой проводится количественное определение, отличается от температуры, при которой был установлен титр 0,1 М раствора хлорной кислоты, то вводят температурную поправку. Объем  $(V_c)$  , необходимый для количественного определения, вычисляют по формуле:

$$V_c = V \left[ 1 + (t_1 - t_2) 0,0011 \right] ,$$

где  $t_1$  - температура, при которой устанавливают титр;

$t_2$  - температура, при которой проводят количественное определение;

V - объём, израсходованный на титрование фактически, мл.

#### **0,05 М раствор хлорной кислоты.**

50,0 мл 0,1 М раствора хлорной кислоты доводят уксусной кислотой безводной до объема 100,0 мл.

#### **0,1 М раствор хлорной кислоты в метаноле.**

К 11 мл 60% или 8,5 мл 70% раствора хлорной кислоты прибавляют 500 мл метанола, очищенного от карбонилсодержащих соединений, и доводят объём раствора тем же метиловым спиртом до 1000,0 мл.

Установка титра. Около 0,1 г натрия салицилата (точная навеска), предварительно дважды перекристаллизованного из спирта 96% и высушенного до постоянной массы, растворяют в 10 мл метанола, прибавляют равный объём ацетона, 2 капли 0,3% раствора тимолового синего в метаноле и титруют приготовленным раствором хлорной кислоты до перехода окраски от жёлтой к розовой.

1 мл 0,1 М раствора хлорной кислоты соответствует 16,01 мг  $C_7H_5NaO_3$ .

#### **0,1 М раствор хлорной кислоты в нитрометане.**

К 11 мл 60% или 8,5 мл 70% раствора хлорной кислоты прибавляют 500 мл нитрометана и доводят объём раствора нитрометаном до 1000,0 мл.

Установка титра. Как описано при установке титра 0,1 М раствора хлорной кислоты.

#### **0,1 М раствор уксусной кислоты.**

6,0 г уксусной кислоты ледяной доводят водой до объема 1000,0 мл.

Установка титра. К 25,0 мл приготовленного раствора уксусной кислоты прибавляют 0,5 мл 0,1% раствора фенолфталеина и титруют 0,1 М раствором натрия гидроксида.

1 мл 0,1 М раствора натрия гидроксида соответствует 6,01 мг  $C_2H_4O_2$ .

#### **0,1 М раствор церия(IV) сульфата.**

40,4 г церия(IV) сульфата растворяют в смеси 500 мл воды и 50 мл серной кислоты концентрированной; охлаждают и доводят объём раствора водой до 1000,0 мл.

Установка титра. К 25,0 мл приготовленного раствора церия(IV) сульфата прибавляют 2,0 г калия йодида, 150 мл воды и тотчас титруют 0,1 М раствором натрия тиосульфата, используя в качестве индикатора 1 мл 0,1% раствора крахмала.

1 мл 0,1 М раствора натрия тиосульфата соответствует 40,43 мг  $Ce(SO_4)_2 \cdot 4H_2O$ .

#### **0,05 М раствор цинка хлорида.**

6,82 г цинка хлорида растворяют в воде. Если необходимо, по каплям прибавляют хлористоводородную кислоту разведенную 7,3% до исчезновения опалесценции и доводят объём раствора водой до 1000,0 мл.

Установка титра. К 20,0 мл приготовленного раствора цинка хлорида прибавляют 5 мл 2 М раствора уксусной кислоты, разбавляют до 200 мл водой, добавляют 50 мг тритурации ксиленолового оранжевого и достаточное количество гексаметилентетрамина до появления фиолетово-розового окрашивания, добавляют еще 2 г гексаметилентетрамина и титруют 0,1 М раствором натрия эдетата до перехода окрашивания от фиолетово-розового до жёлтого.

1 мл 0,1 М раствора натрия эдетата соответствует 13,63 мг  $ZnCl_2$ .

#### **0,1 М раствор цинка сульфата.**

29 г цинка сульфата растворяют в воде и доводят объём раствора водой до 1000,0 мл.

Установка титра. К 20,0 мл приготовленного раствора цинка сульфата прибавляют 5 мл 2 М раствора уксусной кислоты, разбавляют водой до 200 мл. Далее поступают, как при установке титра 0,05 М раствора цинка хлорида.

1 мл 0,1 М раствора натрия эдетата соответствует 28,75 мг  $ZnSO_4 \cdot 7H_2O$ .