УДК 624.131.371:631:006.354 Группа С09

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ГРУНТЫ ТЕПЛИЧНЫЕ

Методы определения хлорида

ГОСТ 27753.11—88

Greenhouse grounds.
Methods for determination
of chloride

ОКСТУ 0017

Срок действия с 01.01.90
до 01.01.95

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на тепличные грунты и устанавливает аргентометрический и ионометрический методы определения хлорида в водной вытяжке при проведении агрохимического обследования с целью контроля за солевым режимом.

Предельные значения суммарной относительной погрешности результатов анализа при доверительной вероятности $P=0,95$ составляет:

для аргентометрического метода:

36% — в диапазоне концентраций хлорида до 500 млн$^{-1}$ (мг/кг) для грунтов с массовой долей органического вещества до 30% и до 1000 млн$^{-1}$ (мг/кг) для грунтов с массовой долей органического вещества свыше 30%;

16% — в диапазоне концентраций хлорида свыше 500 млн$^{-1}$ (мг/кг) для грунтов с массовой долей органического вещества до 30% и свыше 1000 млн$^{-1}$ (мг/кг) для грунтов с массовой долей органического вещества свыше 30%;

для ионометрического метода:

24% — в диапазоне концентраций хлорида до 500 млн$^{-1}$ (мг/кг) для грунтов с массовой долей органического вещества до 30% и до 1000 млн$^{-1}$ (мг/кг) для грунтов с массовой долей органического вещества свыше 30%;

17% — в диапазоне концентраций хлорида свыше 500 млн$^{-1}$ (мг/кг) для грунтов с массовой долей органического вещества до 30% и свыше 1000 млн$^{-1}$ (мг/кг) для грунтов с массовой долей органического вещества свыше 30%.

Общие требования к выполнению анализов — по ГОСТ 27753.0.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

1. МЕТОД ОТБОРА ПРОБ

Метод отбора проб — по ГОСТ 27753.1.

2. АРГЕНТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ХЛОРИДА ПО МОРУ

Сущность метода заключается в титровании иона хлорида раствором азотнокислого серебра, образующим с ионом хлорида труднорастворимое соединение. Для установления конечной точки титрования в раствор добавляют хромат калия, образующий с избытком серебра осадок, вызывающий переход окраски от желтой к красно-бурой.

Метод не применяется для анализа темно-окрашенных вытяжек.

2.1. Аппаратура и реактивы

Дозаторы или пипетки и бюретки для отмеривания растворов вместимостью 1,0; 10,0; 20,0 см³, исполнение 1 по ГОСТ 25336.

Весы лабораторные 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ 24104.

Бюретка вместимостью 10 см³, исполнение 1 по ГОСТ 25336.

Колбы мерные вместимостью 100 и 1000 см³ по ГОСТ 1770.

Колбы конические или стаканы химические вместимостью не менее 100 см³ по ГОСТ 25336.

Калий хромовокислый по ГОСТ 4459, раствор с массовой долей 10%.

Калий хлористый по ГОСТ 4234 или стандарт-титр для приготовления раствора хлористого калия молярной концентрации $c(KCl)=0{,}1$ моль/дм³ (0,1 н).

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1227.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

2.2. Подготовка к анализу

2.2.1. *Приготовление раствора хлористого калия молярной концентрации $c(KCl)=0{,}1$ моль/дм³ (0,1 н)*

(7,456±0,001) г хлористого калия, прокаленного до постоянной массы при температуре 500 °С, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и растворяют в воде, доводя объем до метки.

Для приготовления раствора допускается использовать стандарт-титр хлористого калия молярной концентрации $c(KCl)=0{,}1$ моль/дм³ (0,1 н).

Раствор хранят не более 1 года.

2.2.2. *Приготовление раствора хлористого калия молярной концентрации $c(KCl)=0{,}01$ моль/дм³ (0,01 н)*

10 см³ раствора, приготовленного по п. 2.2.1, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят объем раствора до метки водой.

Раствор готовят в день проведения анализа.

2.2.3. *Приготовление раствора азотнокислого серебра молярной концентрации с ($AgNO_3$)=0,02 моль/дм³*

(3,40±0,01) г азотнокислого серебра помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и растворяют в воде, доводя объем раствора до метки. Точную концентрацию приготовленного раствора устанавливают титрованием. Для этого отбирают 10 см³ раствора хлористого калия молярной концентрации c (KCl) = =0,01 моль/дм³ в коническую колбу, приливают 10 см³ воды, 0,5 см³ раствора хромовокислого калия с массовой долей 10% и титруют раствором азотнокислого серебра до перехода окраски от желтой к красно-бурой. Таким же образом титруют 20 см³ дистиллированной воды. Титрование проводят три раза и для расчета точной концентрации используют среднее арифметическое результатов трех титрований. Точную концентрацию раствора азотнокислого серебра (X) в молях на дециметр кубический вычисляют по формуле

$$X=\frac{0,01\cdot V}{(V_1-V_2)}, \qquad (1)$$

где 0,01 — молярная концентрация раствора хлористого калия, моль/дм³;

V — объем раствора хлористого калия, взятый для титрования, см³;

V_1 — объем раствора азотнокислого серебра, израсходованный на титрование, см³;

V_2 — объем раствора азотнокислого серебра, израсходованный на титрование дистиллированной воды, см³.

Раствор хранят в склянке из темного стекла не более 1 года. Концентрацию раствора проверяют титрованием не реже одного раза в неделю.

2.3. Проведение анализа

2.3.1. *Приготовление водной вытяжки из грунтов*

Для анализа используют фильтраты вытяжек, приготовленных по ГОСТ 27753.2.

2.3.2. *Определение хлорида*

В коническую колбу или химический стакан отбирают пробу вытяжки объемом 20 см³. Приливают 0,5 см³ раствора хромовокислого калия с массовой долей 10% и титруют раствором азотнокислого серебра до перехода окраски от желтой к красно-бурой. Таким же образом титруют пробу контрольного опыта.

2.4. Обработка результатов

2.4.1. Массовую долю хлорида в грунте (X') в миллионных долях вычисляют по формуле

$$X'=\frac{(V_3-V_4)\cdot c\cdot 35,5\cdot K}{V_5}, \qquad (2)$$

где V_3 — объем раствора азотнокислого серебра, израсходованный на титрование пробы вытяжки, см³;

V_4 — объем раствора азотнокислого серебра, израсходованный на титрование пробы контрольного опыта, см^3;

c — молярная концентрация раствора азотнокислого серебра, моль/дм^3;

V_5 — объем пробы вытяжки, взятый для титрования, см^3;

K — коэффициент пересчета в массовую долю хлорида в грунте, равный: 5000 — при отношении грунта и воды 1:5 и 10000 — при отношении грунта и воды 1:10;

35,5 — молярная масса хлорида, г/моль.

Результат анализа выражают в миллионных долях.

2.4.2. Допускаемые относительные отклонения результатов двух повторных анализов от их среднего арифметического при доверительной вероятности $P=0{,}95$ составляют, %:

25 — в диапазоне концентраций хлорида до 500 млн$^{-1}$ (мг/кг) для грунтов с массовой долей органического вещества до 30% и до 1000 млн$^{-1}$ (мг/кг) для грунтов с массовой долей органического вещества свыше 30%;

11 — в диапазоне концентраций хлорида свыше 500 млн$^{-1}$ (мг/кг) для грунтов с массовой долей органического вещества до 30% и свыше 1000 млн$^{-1}$ (мг/кг) для грунтов с массовой долей органического вещества свыше 30%.

3. ИОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

Сущность метода заключается в измерении разности потенциалов хлоридного ионоселективного электрода и электрода сравнения, значение которой зависит от концентрации ионов хлорида в растворе. В качестве электрода сравнения используют насыщенный хлорсеребряный электрод. Для предотвращения загрязнения измеряемой среды хлористым калием из солевого контакта электрода используют переходную электролитическую ячейку, заполненную раствором азотнокислого калия молярной концентрации $c(KNO_3)=1$ моль/дм^3.

3.1. Аппаратура и реактивы

Иономер, pH-метр, милливольтметр или аналогичный прибор с погрешностью измерений не более 5 мВ,

Ионоселективный хлоридный электрод типа ЭМ-Cl—01 или аналогичный электрод с твердой мембраной, имеющий такие же метрологические характеристики.

Электрод сравнения хлорсеребряный насыщенный образцовый 2-го разряда по ГОСТ 17792 или аналогичный электрод, имеющий такие же метрологические характеристики.

Весы лабораторные 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ 24104.

Ячейка электролитическая, заполненная раствором азотнокислого калия молярной концентрации c $(KNO_3)=1$ моль/дм^3.

Стаканы химические вместимостью не менее 50 см³ по ГОСТ 25336.

Калий хлористый по ГОСТ 4234 или стандарт-титр для приготовления раствора хлористого калия молярной концентрации c (KCl) = 0,1 моль/дм³ (0,1 н).

Калий азотнокислый по ГОСТ 4217, раствор молярной концентрации $c(KNO_3) = 1$ моль/дм³ (1 н).

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

3.2. Подготовка к анализу

3.2.1. *Приготовление растворов сравнения*

3.2.1.1. Приготовление исходного раствора хлористого калия молярной концентрации c (KCl) = 0,1 моль/дм³ ($pC_{Cl} = 1$)

Раствор готовят по п. 2.2.1 или из стандарт-титра.

Раствор хранят не более 1 года.

3.2.1.2. Приготовление серии растворов сравнения

Серию растворов сравнения готовят по ГОСТ 27753.0.

Растворы готовят в день проведения анализа.

3.2.2. *Подготовка электродов*

Хлоридный ионоселективный электрод и электрод сравнения готовят к работе в соответствии с инструкциями заводов-изготовителей. К подготовленному электроду сравнения присоединяют электролитическую ячейку, заполненную раствором азотнокислого калия молярной концентрации c (KNO_3) = 1 моль/дм³. Раствор азотнокислого калия в электролитической ячейке ежедневно заменяют свежим.

Проверку крутизны характеристики хлоридного ионоселективного электрода проводят в соответствии с техническим описанием и инструкцией по технике эксплуатации электрода.

В перерывах между работой хлоридный ионоселективный электрод хранят в сухом состоянии, а электрод сравнения — в воде. Электролитическую ячейку освобождают от раствора азотнокислого калия и промывают водой.

3.3. Проведение анализа

3.3.1. *Приготовление водной вытяжки из грунтов*

Для анализа используют фильтраты вытяжек, приготовленных по ГОСТ 27753.2.

3.3.2. *Определение хлорида*

В химические стаканы отливают примерно по 20 см³ растворов сравнения и анализируемых вытяжек. Электродную пару погружают в растворы сравнения и измеряют ЭДС в милливольтах. Измерения начинают с раствора сравнения молярной концентрации c (KCl) = 0,0001 моль/дм³. Показания прибора считывают не ранее чем через 2 мин после погружения электродов в раствор.

После измерения ЭДС в растворах сравнения электроды тщательно промывают дистиллированной водой и промокают фильтровальной бумагой. Затем приступают к измерению ЭДС в анали-

зируемых вытяжках. При переносе из одной вытяжки в другую электроды промывают водой и промокают фильтровальной бумагой.

3.4. Обработка результатов

3.4.1. Построение градуировочного графика — по ГОСТ 27753.0.

Градуировочный график имеет линейный характер в диапазоне от 1 до 4 единиц pC_{Cl}. По градуировочному графику определяют pC_{Cl} анализируемых вытяжек. Массовую долю хлорида в грунте определяют по величине pC_{Cl} при помощи табл. 1 и 2. Результат анализа выражают в миллионных долях.

3.4.2. Допускаемые относительные отклонения результатов двух повторных анализов от их среднего арифметического при доверительной вероятности $P=0{,}95$ составляют, %:

17 — в диапазоне концентраций хлорида до 500 млн$^{-1}$ (мг/кг) для грунтов с массовой долей органического вещества до 30% и до 1000 млн$^{-1}$ (мг/кг) для грунтов с массовой долей органического вещества свыше 30%;

12 — в диапазоне концентраций хлорида свыше 500 млн$^{-1}$ (мг/кг) для грунтов с массовой долей органического вещества до 30% и свыше 1000 млн$^{-1}$ (мг/кг) для грунтов с массовой долей органического вещества свыше 30%.

ПЕРЕСЧЕТ

pC_{Cl} в массовую долю хлорида в грунте при отношении грунта и воды 1:5 млн$^{-1}$ (мг/кг)

Таблица 1

pC_{Cl}	Сотые доли pC_{Cl}									
	0,00	0,01	0,02	0,03	0,04	0,05	0,06	0,07	0,08	0,09
2,0	1778	1738	1698	1660	1622	1586	1549	1514	1479	1445
2,1	1413	1380	1349	1318	1288	1259	1230	1202	1175	1148
2,2	1122	1096	1072	1047	1023	1000	977	955	953	912
2,3	891	871	851	832	813	794	776	759	741	724
2,4	708	692	676	661	646	631	617	603	589	575
2,5	562	550	537	525	513	501	490	479	468	457
2,6	447	437	427	417	407	398	389	380	372	363
2,7	355	347	339	331	324	316	309	302	295	288
2,8	282	275	269	263	257	251	245	240	234	229
2,9	224	219	214	209	204	200	195	191	186	182
3,0	178	174	170	166	162	151	155	151	148	145
3,1	141	138	135	132	129	126	123	120	117	115
3,2	112	110	107	105	102	100	98	95	93	91
3,3	89	87	85	83	81	79	78	76	74	72
3,4	71	69	68	66	65	63	62	60	59	58
3,5	56	55	54	52	51	50	49	48	47	46
3,6	45	44	43	42	41	40	39	38	37	36
3,7	35	35	34	33	32	32	31	30	30	29
3,8	28	28	27	26	26	25	25	24	23	23
3,9	22	22	21	21	20	20	19	19	19	18

ПЕРЕСЧЕТ

pC_{Cl} в массовую долю хлорида в грунте при отношении грунта и воды 1:10 млн$^{-1}$ (мг/кг)

Таблица 2

pC_{Cl}	Сотые доли pC_{Cl}									
	0,00	0,01	0,02	0,03	0,04	0,05	0,06	0,07	0,08	0,09
2,0	3548	3467	3388	3311	3236	3162	3090	3020	2951	2884
2,1	2818	2754	2692	2630	2570	2512	2455	2399	2344	2291
2,2	2239	2188	2138	2089	2042	1995	1950	1905	1862	1820
2,3	1778	1738	1698	1660	1622	1585	1549	1514	1479	1445
2,4	1413	1380	1349	1318	1288	1259	1230	1202	1175	1148
2,5	1122	1096	1072	1047	1023	1000	977	955	933	912
2,6	891	871	851	832	813	794	776	759	741	724
2,7	708	692	676	661	646	631	617	603	589	575
2,8	562	550	537	525	513	501	490	479	468	457
2,9	447	437	427	417	407	398	389	380	372	363
3,0	355	347	339	331	324	316	309	302	295	288
3,1	282	275	269	263	257	251	245	240	234	229
3,2	224	219	214	209	204	200	195	191	186	182
3,3	178	174	170	166	162	158	155	151	148	145
3,4	141	138	135	132	129	126	123	120	117	115
3,5	112	110	107	105	102	100	98	95	93	91
3,6	89	87	85	83	81	79	78	76	74	72
3,7	71	69	68	66	65	63	62	60	59	58
3,8	56	55	54	52	51	50	49	48	47	46
3,9	45	44	43	42	41	40	39	38	37	36

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Госагропромом СССР

ИСПОЛНИТЕЛИ

С. Г. Самохвалов, канд. с.-х. наук (руководитель темы); Н. В. Соколова; Н. В. Василевская, канд. с.-х. наук; А. А. Шаймухаметова, канд. с.-х. наук

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта СССР от 23.12.88 № 4569

3. Срок первой проверки 1993 г.

4. Введен впервые

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 1227—79	2.1
ГОСТ 1770—74	2.1
ГОСТ 4217—77	3.1
ГОСТ 4234—77	2.1; 3.1
ГОСТ 4459—75	2.1
ГОСТ 6709—72	3.1
ГОСТ 17792—72	3.1
ГОСТ 24104—88	2.1; 3.1
ГОСТ 25336—82	2.1; 3.1
ГОСТ 27753.0—88	Вводная часть; 3.2.1.2; 3.4.1
ГОСТ 27753.1—88	1
ГОСТ 27753.2—88	2.3.1; 3.3.1

gost.e-ecolog.ru