УДК 631.4:546.131.06:006.354 Группа С09

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ПОЧВЫ

Методы определения иона хлорида в водной вытяжке

Soils. Methods for determination of chloride ion in water extract

ГОСТ 26425—85

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 8 февраля 1985 г. № 283 срок действия установлен

с 01.01.86

до 01.01.96

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает методы определения иона хлорида в водной вытяжке из засоленных почв при проведении почвенного, агрохимического, мелиоративного обследования угодий, контроля за состоянием солевого режима почв, а также при других изыскательских и исследовательских работах.

Суммарная относительная погрешность составляет:

для аргентометрического метода

15% — для количества эквивалентов иона хлорида до 2 ммоль в 100 г почвы; 5% — св. 2 ммоль в 100 г почвы;

для метода прямой ионометрии

12% — для количества эквивалентов иона хлорида до 0,5 ммоль в 100 г почвы; 8,5% — св. 0,5 до 50 ммоль в 100 г почвы;

для ионометрического титрования

15% — для количества эквивалентов иона хлорида до 2 ммоль в 100 г почвы; 8% — св. 2 до 6 ммоль в 100 г почвы; 5% — св. 6 ммоль в 100 г почвы.

1. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ИОНА ХЛОРИДА АРГЕНТОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ ПО МОРУ

Сущность метода заключается в титровании иона хлорида в водной вытяжке раствором азотнокислого серебра, образующим с ионом хлорида труднорастворимое соединение. Для установле-

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

gost.e-ecolog.ru

ния конечной точки титрования в раствор добавляют хромат калия, образующий с избытком серебра осадок, вызывающий переход окраски раствора от желтой к красно-бурой.

Метод не применяют для анализа темно-окрашенных вытяжек.

1.1. Метод отбора проб

1.1.1. Метод отбора проб — по ГОСТ 26423—85.

1.2. Аппаратура, материалы и реактивы

1.2.1. Для проведения анализа применяют:

весы лабораторные 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г по ГОСТ 24104—80;

дозаторы с погрешностью дозирования не более 1%;

пипетки и бюретки 2-го класса точности по ГОСТ 20292—74;

посуду мерную лабораторную 2-го класса точности по ГОСТ 1770—74;

колбы конические вместимостью 250 см³ по ГОСТ 25336—82;

калий хромовокислый по ГОСТ 4459—75, х. ч. или ч. д. а., раствор с массовой долей 10%;

калий хлористый по ГОСТ 4234—77, х. ч. или стандарт-титр, $c(KCl) = 0{,}1$ моль/дм³ (0,1 н.);

серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, х. ч. или ч. д. а.;

воду дистиллированную по ГОСТ 6709—72.

1.3. Подготовка к анализу

1.3.1. *Приготовление раствора хлорида концентрации 0,1 моль/дм³*

7,456 г хлористого калия, прокаленного до постоянной массы при температуре 500°С, взвешивают с погрешностью не более 0,001 г, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и растворяют в дистиллированной воде, доводя объем раствора до метки. Приготовленный раствор тщательно перемешивают.

Раствор хранят в склянке с притертой пробкой не более 1 года. В случае помутнения, образования хлопьев, осадка, раствор заменяют свежеприготовленным.

Для приготовления раствора допускается использовать стандарт-титр хлористого калия или хлористого натрия.

1.3.2. *Приготовление раствора хлорида концентрации 0,01 моль/дм³*

10 см³ раствора, приготовленного по п. 1.3.1, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят объем до метки дистиллированной водой.

Раствор готовят в день применения.

1.3.3. *Приготовление раствора азотнокислого серебра концентрации 0,02 моль/дм³*

3,4 г азотнокислого серебра, взвешенного с погрешностью не более 0,1 г, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и

растворяют в дистиллированной воде, доводя объем до метки. Точную концентрацию раствора проверяют титрованием. Для этого отбирают 10 см³ раствора хлорида концентрации 0,01 моль/дм³ в коническую колбу, приливают 1 см³ раствора хромовокислого калия с массовой долей 10% и титруют раствором азотнокислого серебра до перехода окраски от желтой к красно-бурой. Титрование проводят три раза и для расчета точной концентрации используют среднее арифметическое результатов трех титрований. Точную концентрацию раствора азотнокислого серебра (X), моль/дм³, вычисляют по формуле

$$X = \frac{0{,}01 \cdot V}{V_1},$$

где 0,01 — концентрация раствора хлорида, взятого для титрования, моль/дм³;

V — объем раствора хлорида, взятый для титрования, см³;

V_1 — объем раствора азотнокислого серебра, пошедший на титрование, см³.

Раствор хранят в склянке оранжевого стекла с притертой пробкой. Концентрацию раствора проверяют титрованием не реже одного раза в неделю.

1.4. Проведение анализа

1.4.1. *Приготовление вытяжки из почвы*

Для анализа используют фильтраты вытяжек, приготовленных по ГОСТ 26423—85.

1.4.2. *Определение иона хлорида*

Пробу водной вытяжки объемом от 2 до 20 см³ отбирают дозатором или пипеткой в коническую колбу, приливают дистиллированную воду до объема 20—30 см³, 1 см³ раствора хромовокислого калия с массовой долей 10% и титруют раствором азотнокислого серебра до перехода окраски от желтой к красно-бурой.

Объем пробы вытяжки устанавливают по величине удельной электрической проводимости или по величине плотного остатка:

20 см³ — при удельной электрической проводимости вытяжки до 1,5 мСм/см или массовой доле плотного остатка до 0,7%;

10 см³ — при удельной электрической проводимости 1,5—3 мСм/см или массовой доле плотного остатка 0,7—1,5%;

2 см³ — при удельной электрической проводимости св. 3 мСм/см или массовой доле плотного остатка св. 1,5%.

Для анализа допускается использовать пробу вытяжки, в которой проводилось определение карбонат- и бикарбонат-иона.

1.5. Обработка результатов

1.5.1. Количество эквивалентов иона хлорида (X), ммоль в 100 г почвы, вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot c \cdot 500}{V_1},$$

где V — объем раствора азотнокислого серебра, пошедший на титрование, см³;

c — концентрация раствора азотнокислого серебра, ммоль/см³;

500 — коэффициент пересчета на 100 г почвы;

V_1 — объем пробы водной вытяжки, см³.

Массовую долю иона хлорида в почве (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = C \cdot 0{,}0355,$$

где C — количество эквивалентов иона хлорида в почве, ммоль в 100 г;

0,0355 — коэффициент пересчета в проценты.

За результат анализа принимают значение единичного определения иона хлорида.

Результат выражают в миллимолях в 100 г почвы и в процентах с округлением до трех значащих цифр.

1.5.2. Допускаемые относительные отклонения при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ от среднего арифметического результатов повторных анализов при выборочном статистическом контроле составляют:

21% — для количества эквивалентов иона хлорида до 2 ммоль в 100 г почвы; 7% — св. 2 ммоль в 100 г почвы.

2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ИОНА ХЛОРИДА МЕТОДОМ ПРЯМОЙ ИОНОМЕТРИИ

Сущность метода заключается в определении разности потенциалов хлоридного ионоселективного и вспомогательного электродов, значение которой зависит от концентрации иона хлорида в растворе. В качестве вспомогательного электрода используют насыщенный хлор-серебряный электрод. Для предотвращения загрязнения анализируемого раствора хлористым калием из солевого контакта вспомогательного электрода применяют переходную электролитическую ячейку, заполненную раствором азотнокислого калия концентрации 1 моль/дм³.

2.1. Метод отбора проб

2.1.1. Метод отбора проб — по ГОСТ 26423—85.

2.2. Аппаратура, материалы и реактивы

2.2.1. Для проведения анализа применяют:

весы лабораторные 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г по ГОСТ 24104—80;

иономер или pH-метр милливольтметр с погрешностью измерений не более 5 мВ;

ионоселективный хлоридный электрод типа ЭМ-Cl—01 или аналогичный с твердой мембраной;

электрод сравнения хлорсеребряный насыщенный образцовый 2-го разряда по ГОСТ 17792—82;

ячейку электролитическую, заполненную раствором азотнокислого калия концентрации 1 моль/дм³;

стаканы химические вместимостью 50 и 100 см³ по ГОСТ 25336—82;

посуду мерную лабораторную 2-го класса точности по ГОСТ 1770—74;

калий хлористый по ГОСТ 4234—77, х. ч. или ч. д. а., или стандарт-титр с (KCl) =0,1 моль/дм³ (0,1 н.);

калий азотнокислый по ГОСТ 4217—77, х. ч. или ч. д. а., раствор концентрации 1 моль/дм³;

пипетки и бюретки 2-го класса точности по ГОСТ 20292—74;

воду дистиллированную по ГОСТ 6709—72.

2.3. Подготовка к анализу

2.3.1. *Приготовление раствора хлорида концентрации 0,1 моль/дм³ ($pC_{Cl}=1$).*

Готовят по п. 1.3.1.

2.3.2. *Приготовление растворов сравнения*

Растворы сравнения концентрации 0,01; 0,001 и 0,0001 моль/дм³ готовят последовательным десятикратным разбавлением раствора хлорида концентрации 0,1 моль/дм³. pC_{Cl} приготовленных растворов соответственно равен 2; 3 и 4.

2.3.3. *Подготовка электродов к работе*

Ионоселективный хлоридный электрод готовят к работе следующим образом: внутреннюю полость корпуса электрода промывают дистиллированной водой, ополаскивают раствором хлористого калия концентрации 0,1 моль/дм³ и заливают 1,5 см³ того же раствора, удаляют пузырьки воздуха встряхиванием, ввинчивают в корпус хлорсеребряный полуэлемент и помещают электрод на 24 ч в раствор хлористого калия концентрации 0,0001 моль/дм³.

Вспомогательный электрод готовят к работе в соответствии с инструкцией завода-изготовителя. К подготовленному к работе электроду присоединяют электролитическую ячейку, входящую в комплект иономера, или аналогичную, заполненную раствором азотнокислого калия концентрации 1 моль/дм³.

2.4. Проведение анализа

2.4.1. *Приготовление вытяжки из почвы*

Для анализа используют фильтраты вытяжек, приготовленных по ГОСТ 26423—85.

2.4.2. *Определение иона хлорида*

Электродную пару погружают в растворы сравнения и определяют ЭДС с помощью иономера или pH-метра милливольтметра в милливольтах. Измерения начинают с раствора хлорида концентрации 0,0001 моль/дм³. Показания прибора считывают не ранее чем через 2 мин после погружения электродов в раствор, после прекращения заметного дрейфа прибора.

Определение ЭДС в растворах сравнения повторяют не менее

Пересчет pC_{Cl} в миллимоли в 100 г почвы

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
1,0	50,0	48,9	47,7	46,7	45,6	44,6	43,5	42,6	41,6	40,6
1,1	39,7	38,8	37,9	37,1	36,2	35,4	34,6	33,8	33,0	32,3
1,2	31,5	30,8	30,1	29,4	28,8	28,1	27,5	26,9	26,2	25,6
1,3	25,1	24,5	23,9	23,4	22,9	22,3	21,8	21,3	20,8	20,4
1,4	19,9	19,5	19,0	18,6	18,2	17,7	17,3	16,9	16,6	16,2
1,5	15,8	15,5	15,1	14,8	14,4	14,1	13,8	13,5	13,2	12,9
1,6	12,6	12,3	12,0	11,7	11,5	11,2	10,9	10,7	10,4	10,2
1,7	9,98	9,75	9,53	9,31	9,10	8,89	8,69	8,49	8,30	8,11
1,8	7,92	7,74	7,57	7,40	7,23	7,06	6,90	6,74	6,59	6,44
1,9	6,29	6,15	6,01	5,87	5,74	5,61	5,48	5,36	5,23	5,12
2,0	5,00	4,89	4,77	4,67	4,56	4,46	4,35	4,26	4,16	4,06
2,1	3,97	3,88	3,79	3,71	3,62	3,54	3,46	3,38	3,30	3,23
2,2	3,15	3,08	3,01	2,94	2,88	2,81	2,75	2,69	2,62	2,56
2,3	2,51	2,45	2,39	2,34	2,29	2,23	2,18	2,13	2,08	2,04
2,4	1,99	1,95	1,90	1,86	1,81	1,77	1,73	1,69	1,66	1,62
2,5	1,58	1,55	1,51	1,48	1,44	1,41	1,38	1,35	1,31	1,29
2,6	1,26	1,23	1,20	1,17	1,15	1,12	1,09	1,07	1,05	1,02
2,7	0,998	0,975	0,953	0,931	0,910	0,889	0,869	0,849	0,830	0,811
2,8	0,792	0,774	0,757	0,740	0,723	0,706	0,690	0,675	0,659	0,644
2,9	0,629	0,615	0,601	0,587	0,574	0,561	0,548	0,536	0,524	0,512
3,0	0,500	0,489	0,477	0,467	0,456	0,446	0,435	0,426	0,416	0,406
3,1	0,397	0,388	0,379	0,371	0,362	0,354	0,346	0,338	0,330	0,323
3,2	0,315	0,308	0,301	0,294	0,288	0,281	0,275	0,269	0,262	0,256
3,3	0,251	0,245	0,239	0,234	0,229	0,223	0,218	0,213	0,208	0,204
3,4	0,199	0,195	0,190	0,186	0,182	0,177	0,173	0,169	0,166	0,162
3,5	0,158	0,155	0,151	0,148	0,144	0,141	0,138	0,135	0,132	0,129

трех раз в течение рабочего дня для проверки работы прибора и электродов.

После определения ЭДС в растворах сравнения электродную пару тщательно обмывают дистиллированной водой, промокают фильтровальной бумагой, погружают в анализируемые вытяжки и определяют ЭДС. При переносе электродов из одного фильтрата в другой их обмывают дистиллированной водой и промокают фильтровальной бумагой.

Температура анализируемых вытяжек и растворов сравнения должна быть одинаковой.

2.5. Обработка результатов

2.5.1. По результатам определения ЭДС в растворах сравнения на масштабно-координатной бумаге марки Н (миллиметровке) строят градуировочный график. По оси абсцисс откладывают значения pC_{Cl} растворов сравнения, а по оси ординат — соответствующие им показания прибора.

Используя градуировочный график определяют pC_{Cl} анализируемых вытяжек. Количество эквивалентов иона хлорида в почве

определяют с помощью таблицы по значению pC_{Cl}. Допускается проводить градуировку иономера по растворам сравнения непосредственно в единицах pC_{Cl} в день проведения анализа.

Массовую долю иона хлорида в почве (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = C \cdot 0{,}0355,$$

где C — количество эквивалентов иона хлорида в почве, ммоль в 100 г;

0,0355 — коэффициент пересчета в проценты.

За результат анализа принимают значение единичного определения иона хлорида.

Результат выражают в миллимолях в 100 г почвы и в процентах с округлением до трех значащих цифр.

2.5.2. Допускаемые относительные отклонения при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ от среднего арифметического результатов повторных анализов при выборочном статистическом контроле составляют:

17% — для количества эквивалентов иона хлорида до 0,5 ммоль в 100 г почвы; 12% — св. 0,5 до 50 ммоль в 100 г почвы.

3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ИОНА ХЛОРИДА МЕТОДОМ ИОНОМЕТРИЧЕСКОГО ТИТРОВАНИЯ

Сущность метода заключается в титровании иона хлорида в водной вытяжке раствором азотнокислого серебра, образующим с ионом хлорида труднорастворимое соединение. Индикацию конечной точки титрования проводят ионометрически с помощью хлоридного ионоселективного электрода.

3.1. Метод отбора проб

3.1.1. Метод отбора проб — по ГОСТ 26423—85.

3.2. Аппаратура, материалы и реактивы

3.2.1. Для проведения анализа применяют:

иономер или pH-метр милливольтметр с блоком автоматического титрования с погрешностью измерений не более 5 мВ;

магнитную мешалку;

ионоселективный хлоридный электрод типа ЭМ-Cl—01 или аналогичный с твердой мембраной;

электрод сравнения насыщенный хлорсеребряный образцовый 2-го разряда по ГОСТ 17792—72;

ячейку электролитическую, заполненную раствором азотнокислого калия концентрации 1 моль/дм^3;

кислоту азотную по ГОСТ 4461—77, х. ч. или ч. д. а., разбавленную дистиллированной водой 1 : 150;

калий азотнокислый по ГОСТ 4217—77, х. ч. или ч. д. а., раствор концентрации 1 моль/дм^3;

аппаратуру, материалы и реактивы по п. 1.2, кроме хромовокислого калия.

3.3. Подготовка к анализу

3.3.1. *Приготовление раствора хлорида концентрации 0,1 моль/дм³*

Готовят по п. 1.3.1.

3.3.2. *Приготовление раствора хлорида концентрации 0,01 моль/дм³*

Готовят по п. 1.3.2.

3.3.3. *Приготовление раствора хлорида концентрации 0,001 моль/дм³*

10 см³ раствора хлорида концентрации 0,01 моль/дм³ помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят объем до метки дистиллированной водой.

Раствор готовят в день применения.

3.3.4. *Подготовка электродов к работе*

Выполняют по п. 2.3.3.

3.3.5. *Приготовление раствора азотнокислого серебра концентрации 0,02 моль/дм³*

Готовят по п. 1.3.3 и устанавливают точную концентрацию ионометрическим титрованием. Для этого отбирают дозатором или пипеткой 10 см³ раствора хлорида концентрации 0,01 моль/дм³ в химический стакан и прибавляют дозатором или из бюретки 1 см³ азотной кислоты, разбавленной 1 : 150. Заполняют бюретку раствором азотнокислого серебра. Устанавливают на блоке автоматического титрования значение ЭДС конечной точки титрования. Стакан с раствором хлорида ставят на магнитную мешалку и помещают в него магнит. Включают мешалку, опускают в титруемый раствор электродную пару, включают блок автоматического титрования и титруют раствор до заданного значения ЭДС. По окончании титрования регистрируют расход азотнокислого серебра.

Значение ЭДС конечной точки титрования (X), мВ, вычисляют по формуле

$$X = E + 110 \text{ мВ},$$

где E — ЭДС используемой для титрования электродной пары в растворе хлорида концентрации 0,001 моль/дм³, мВ.

Титрование проводят три раза и для расчета точной концентрации используют среднее арифметическое результатов трех титрований. Концентрацию раствора азотнокислого серебра вычисляют по формуле, приведенной в п. 1.3.3.

3.4. Проведение анализа

3.4.1. *Приготовление вытяжки из почвы*

Для проведения анализа используют фильтраты вытяжек, приготовленных по ГОСТ 26423—85.

3.4.2. *Определение иона хлорида*

Отбирают дозатором или пипеткой 2—20 см³ анализируемой вытяжки в химический стакан. Объем пробы для анализа устанавливают по п. 1.4.2. К пробе приливают дозатором или из бюретки 1 см³ азотной кислоты, разбавленной 1 : 150. Заполняют бюретку раствором азотнокислого серебра концентрации 0,02 моль/дм³. На блоке автоматического титрования устанавливают значение ЭДС конечной точки титрования по п. 3.3.5, помещают стакан с пробой на магнитную мешалку и включают блок автоматического титрования и титруют раствор до заданного значения ЭДС. По окончании титрования регистрируют расход азотнокислого серебра по бюретке.

3.5. Обработка результатов

3.5.1. Количество эквивалентов иона хлорида (X), ммоль в 100 г почвы, вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot c \cdot 500}{V_1},$$

где V — объем раствора азотнокислого серебра, израсходованный на титрование, см³;

c — концентрация раствора азотнокислого серебра, ммоль/см³;

500 — коэффициент пересчета на 100 г почвы;

V_1 — объем пробы водной вытяжки, взятый для титрования, см³.

Массовую долю иона хлорида в почве (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = C \cdot 0{,}0355,$$

где C — количество эквивалентов иона хлорида в почве, ммоль в 100 г;

0,0355 — коэффициент пересчета в проценты.

За результат анализа принимают значение единичного определения иона хлорида.

Результат анализа выражают в миллимолях в 100 г почвы и в процентах с округлением до трех значащих цифр.

3.5.2. Допускаемые относительные отклонения при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ от среднего арифметического результатов повторных анализов при выборочном статистическом контроле составляют:

21% — для количества эквивалентов иона хлорида до 2 ммоль в 100 г почвы; 11% — св. 2 до 6 ммоль в 100 г почвы; 7% — св. 6 ммоль в 100 г почвы.

gost.e-ecolog.ru