

ПОЧВЫ

Методы определения иона хлорида в водной
вытяжкеSoils. 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 argentометрического 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-



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, $c(\text{KCl}) = 0,1$ 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°C, 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, см^3 ;

c — концентрация раствора азотнокислого серебра, $\text{ммоль}/\text{см}^3$;

500 — коэффициент пересчета на 100 г почвы;

V_1 — объем пробы водной вытяжки, см^3 .

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 $\text{моль}/\text{дм}^3$.

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 рН-метр милливольтметр с погрешностью измерений не более 5 мВ;

ионоселективный хлоридный электрод типа ЭМ-С1—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 $\text{моль}/\text{дм}^3$;