

**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 фев-  
раля 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**

12



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 см<sup>3</sup> 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, с(KCl) = 0,1 моль/дм<sup>3</sup> (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/дм<sup>3</sup>*

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 см<sup>3</sup> 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/дм<sup>3</sup>*

10 см<sup>3</sup> раствора, приготовленного по п. 1.3.1, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> и доводят объем до метки дистиллированной водой.

Раствор готовят в день применения.

1.3.3. *Приготовление раствора азотнокислого серебра концентрации 0,02 моль/дм<sup>3</sup>*

3,4 г азотнокислого серебра, взвешенного с погрешностью не более 0,1 г, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup> и

растворяют в дистиллированной воде, доводя объем до метки. Точную концентрацию раствора проверяют титрованием. Для этого отбирают 10 см<sup>3</sup> раствора хлорида концентрации 0,01 моль/дм<sup>3</sup> в коническую колбу, приливают 1 см<sup>3</sup> 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/дм<sup>3</sup>, вычисляют по формуле

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

где 0,01 — концентрация раствора хлорида, взятого для титрования, моль/дм<sup>3</sup>;

$V$  — объем раствора хлорида, взятый для титрования, см<sup>3</sup>;

$V_1$  — объем раствора азотнокислого серебра, пошедший на титрование, см<sup>3</sup>.

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 см<sup>3</sup> отбирают дозатором или пипеткой в коническую колбу, приливают дистиллированную воду до объема 20—30 см<sup>3</sup>, 1 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> — при удельной электрической проводимости вытяжки до 1,5 мСм/см или массовой доле плотного остатка до 0,7%;

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

2 см<sup>3</sup> — 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<sup>3</sup>;

$c$  — концентрация раствора азотнокислого серебра, ммоль/см<sup>3</sup>;

500 — коэффициент пересчета на 100 г почвы;

$V_1$  — объем пробы водной вытяжки, см<sup>3</sup>.

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/дм<sup>3</sup>.

### 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 моль/дм<sup>3</sup>;

стаканы химические вместимостью 50 и 100 см<sup>3</sup> 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/дм<sup>3</sup> (0,1 н.);

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

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/дм<sup>3</sup> ( $pC_{Cl} = 1$ ).*

Готовят по п. 1.3.1.

2.3.2. *Приготовление растворов сравнения*

Растворы сравнения концентрации 0,01; 0,001 и 0,0001 моль/дм<sup>3</sup> готовят последовательным десятикратным разбавлением раствора хлорида концентрации 0,1 моль/дм<sup>3</sup>.  $pC_{Cl}$  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/дм<sup>3</sup> и заливают 1,5 см<sup>3</sup> 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/дм<sup>3</sup>.

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/дм<sup>3</sup>.

### 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 рН-метра милливольтметра в милливольтмах. Измерения начинают с раствора хлорида концентрации 0,0001 моль/дм<sup>3</sup>. 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  $p_{\text{Cl}}$  в миллимоли в 100 г почвы

$p_{\text{Cl}}$	Сотые доли $p_{\text{Cl}}$									
	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 фильтра 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 масштабнo-координатной бумаге марки Н (миллиметровке) строят градуировочный график. По оси абсцисс откладывают значения  $p_{\text{Cl}}$  растворов сравнения, а по оси ординат — соответствующие им показания прибора.

Используя градуировочный график определяют  $p_{\text{Cl}}$  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 рН-метр милливольтметр с блоком автоматического титрования с погрешностью измерений не более 5 мВ;

магнитную мешалку;

ионоселективный хлоридный электрод типа ЭМ-С1—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<sup>3</sup>;

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<sup>3</sup>;

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/дм<sup>3</sup>*

Готовят по п. 1.3.1.

3.3.2. *Приготовление раствора хлорида концентрации 0,01 моль/дм<sup>3</sup>*

Готовят по п. 1.3.2.

3.3.3. *Приготовление раствора хлорида концентрации 0,001 моль/дм<sup>3</sup>*

10 см<sup>3</sup> раствора хлорида концентрации 0,01 моль/дм<sup>3</sup> помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> 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/дм<sup>3</sup>*

Готовят по п. 1.3.3 и устанавливают точную концентрацию ионометрическим титрованием. Для этого отбирают дозатором или пипеткой 10 см<sup>3</sup> раствора хлорида концентрации 0,01 моль/дм<sup>3</sup> в химический стакан и прибавляют дозатором или из бюретки 1 см<sup>3</sup> 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/дм<sup>3</sup>, 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 см<sup>3</sup> анализируемой вытяжки в химический стакан. Объем пробы для анализа устанавливают по п. 1.4.2. К пробе приливают дозатором или из бюретки 1 см<sup>3</sup> азотной кислоты, разбавленной 1:150. Заполняют бюретку раствором азотнокислого серебра концентрации 0,02 моль/дм<sup>3</sup>. 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, см<sup>3</sup>;

$c$  — концентрация раствора азотнокислого серебра, ммоль/см<sup>3</sup>;

500 — коэффициент пересчета на 100 г почвы;

$V_1$  — объем пробы водной вытяжки, взятый для титрования, см<sup>3</sup>.

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.