ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 59540— 2021

ГРУНТЫ

Методы лабораторного определения степени засоленности

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2021

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Научно-исследовательским, проектно-изыскательским и конструкторско-технологическим институтом оснований и подземных сооружений им. Н.М. Герсеванова (НИИОСП) АО «НИЦ «Строительство»

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 465 «Строительство»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 28 мая 2021 г. № 484-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (*gost.e-ecolog.ru

© Стандартинформ, оформление, 2021

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Термины и определения 2
4 Общие положения 3
5 Требования к квалификации операторов 3
6 Требования к условиям проведения измерений 3
7 Методы определения степени засоленности 4
8 Контроль точности результатов измерений 16
Приложение А (рекомендуемое) Способ очистки фильтров из фильтровальной бумаги от минеральных примесей 18
Приложение Б (справочное) Определение константы кондуктометрической ячейки (датчика) 19
Приложение В (справочное) Качественное определение сульфатов в водной вытяжке 20
Приложение Г (справочное) Формулы для расчета нормативов контроля погрешности результатов количественного химического анализа 21
Библиография 22

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГРУНТЫ

Методы лабораторного определения степени засоленности

Soils. Standard test methods for degree of salinity content

Дата введения — 2021—09—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на определение степени засоленности глинистых, песчаных и крупнообломочных грунтов (в части их заполнителя) для целей инженерно-геологических изысканий и устанавливает методы определения массовой доли легкорастворимых и среднерастворимых солей в них для оценки степени засоленности.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 83 Реактивы. Натрий углекислый. Технические условия

ГОСТ 1277 Реактивы. Серебро азотнокислое. Технические условия

ГОСТ 1770 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 2053 Реактивы. Натрий сернистый 9-водный. Технические условия

ГОСТ 3118 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3309 Часы настольные и настенные балансовые механические. Общие технические условия

ГОСТ 3760 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия

ГОСТ 3773 Реактивы. Аммоний хлористый. Технические условия

ГОСТ 3956 Силикагель технический. Технические условия

ГОСТ 4108 Барий хлорид 2-водный. Технические условия

ГОСТ 4204 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4220 Реактивы. Калий двухромовокислый. Технические условия

ГОСТ 4233 Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия

ГОСТ 4234 Реактивы. Калий хлористый. Технические условия

ГОСТ 4459 Калий хромово-кислый. Технические условия

ГОСТ 4523 Реактивы. Магний сернокислый 7-водный. Технические условия

ГОСТ 4530 Реактивы. Кальций углекислый. Технические условия

ГОСТ 4568 Калий хлористый. Технические условия

ГОСТ 4919.1 Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления растворов индикаторов

ГОСТ 5180 Грунты. Методы лабораторного определения физических характеристик

ГОСТ 5456 Реактивы. Гидроксиламина гидрохлорид. Технические условия

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9147 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 12026 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 12071 Грунты. Отбор, упаковка, транспортирование и хранение образцов

ГОСТ 14919 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия

Издание официальное

ГОСТ 17792 Электрод сравнения хлорсеребряный насыщенный образцовый 2-го разряда

ГОСТ 18300 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия

ГОСТ 24363 Реактивы. Калия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 25100 Грунты. Классификация

ГОСТ 25336 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 26426 Почвы. Методы определения иона сульфата в водной вытяжке

ГОСТ 29169 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ 29227 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 29224 (ИСО 386—77) Посуда лабораторная стеклянная. Термометры жидкостные стеклянные лабораторные. Принципы устройства, конструирования и применения

ГОСТ 29251 Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 30416 Грунты. Лабораторные испытания. Общие положения

ГОСТ OIML R 76-1 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ Р 8.568 Государственная система обеспечения единства измерений. Аттестация испытательного оборудования. Основные положения

ГОСТ Р ИСО 5725-1 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины по ГОСТ 25100, а также следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **аликвотная часть** (аликвота): Кратная часть объема исследуемого раствора.

3.2 **постоянная масса:** Масса (навески, пробы), которая при последовательных взвешиваниях после сушки (прокаливания) с интервалом не менее 1 ч, различается не более, чем на 0,1 %.

Примечание — Во многих случаях постоянная масса может быть достигнута после выдерживания образца, в течение заранее установленного периода его нахождения в сушильном шкафу при температуре (110 ± 5) °С или (80 ± 5) °С (в зависимости от содержания сульфата кальция в грунте). Испытательные лаборатории могут устанавливать время, необходимое для достижения постоянной массы образцов конкретных типов и объемов, в зависимости от производительности применяемого сушильного шкафа.

3.3 **степень засоленности:** Содержание легкорастворимых и среднерастворимых солей в процентах от массы абсолютно сухого грунта.

Примечание — К легкорастворимым солям в грунте относятся хлориды натрия, калия, кальция и магния, бикарбонаты натрия, кальция и магния, карбонат натрия, сульфаты магния и натрия; к среднерастворимым солям — гипс и ангидрит.

3.4 **«холостой» опыт:** Проведение испытаний при отсутствии исследуемого материала с применением тех же реактивов и соблюдением всех условий анализа.

Примечание — На основании опыта в результат анализа вносят необходимые поправки.

4 Общие положения

4.1 Общие требования к исследованиям грунтов для инженерно-геологических изысканий — по ГОСТ 30416.

Методы и требования к отбору, хранению и транспортированию грунтов — по ГОСТ 12071.

Классификационные показатели грунтов — по ГОСТ 25100.

Определение гигроскопической влажности — по ГОСТ 5180.

4.2 Содержание легкорастворимых солей определяют с помощью водной вытяжки из грунтов, содержание среднерастворимых солей — посредством соляно-кислой вытяжки из грунтов.

4.3 Водные и соляно-кислые вытяжки из грунтов выполняют для средней пробы грунта в абсолютно сухом состоянии.

Масса средней пробы грунта должна быть не менее 100 г.

4.4 Для проведения испытания необходимо пробу грунта в воздушно-сухом состоянии подготовить путем растирания в фарфоровой ступке фарфоровым пестиком до размера агрегатов 1,0 мм для приготовления водной вытяжки и 0,25 мм для приготовления соляно-кислой вытяжки.

4.5 Погрешность взвешивания проб должна быть не более 0,1 г на технических весах и 0,001 г — на аналитических весах.

4.6 За результат анализа принимают результат единичного определения.

4.7 Результат определения степени засоленности выражают в процентах с округлением до трех значащих цифр.

5 Требования к квалификации операторов

К выполнению испытаний допущены специалисты с профильным высшим или средним специальным образованием, имеющие опыт работы в химической лаборатории.

6 Требования к условиям проведения измерений

6.1 Измерения объемов воды и растворов проводят при температуре окружающей среды от 15 °С до 25 °С.

6.2 Допускается готовить растворы других номинальных объемов при условии соблюдения соотношений между объемами растворов и аликвот или массами навесок реагентов, регламентированных в настоящем стандарте.

6.3 Растворы хранят в стеклянной посуде с пришлифованными пробками или навинчивающимися крышками или в полиэтиленовых флаконах с навинчивающимися крышками при температуре от 15 °С до 25 °С, если условия хранения не оговорены отдельно.

6.4 При проведении арбитражных испытаний и в спорных случаях рекомендуется применять мерную посуду 1-го класса точности.

6.5 Анализ водной вытяжки из проб грунтов следует проводить в день их приготовления.

6.6 К анализу водной вытяжки приступают только по окончании всей фильтрации. Допускается при медленной фильтрации определение щелочности (карбонатов и бикарбонатов) и хлоридов, не дожидаясь конца фильтрации. Допускается определение удельной электрической проводимости в суспензии до фильтрования.

6.7 При подготовке и проведении измерений необходимо соблюдать условия, установленные в руководствах по эксплуатации или в паспортах средств измерений и испытательного и вспомогательного оборудования.

6.8 Применяемые средства измерений должны быть:

- внесены в реестр государственной системы обеспечения единства измерений Российской Федерации и (или) разрешены для применения на территории Российской Федерации;
- поверены или калиброваны.

6.9 Применяемое испытательное оборудование должно быть аттестовано в соответствии с ГОСТ Р 8.568.

6.10 Допускается применение других, не указанных в настоящем стандарте, аналогичных по метрологическим характеристикам средств измерений и испытательного и вспомогательного оборудования.

6.11 Допускается количественное определение содержания водорастворимых и кислоторастворимых анионов и катионов другими, не указанными в настоящем стандарте аттестованными методиками выполнения измерений (пламенной атомно-абсорбционной спектрометрией, атомно-эмиссионной спектрометрией с индуктивно связанной плазмой, масс-спектрометрией с индуктивно связанной плазмой, капиллярным электрофорезом, турбидиметрией, фотометрией и др.) в соответствии с действующими нормативными документами и технической документацией, допущенной для применения на территории Российской Федерации и руководством по эксплуатации оборудования [1]—[3].

7 Методы определения степени засоленности

7.1 Определение степени засоленности кондуктометрическим методом

Настоящий метод распространяется на глинистые, песчаные, крупнообломочные (в части их заполнителя) и органоминеральные грунты и устанавливает кондуктометрический метод определения общей засоленности при хлоридном типе их засоления.

Сущность метода заключается в измерении удельной электрической проводимости водной вытяжки из грунтов с помощью кондуктометра.

Метод дает относительное представление об общем количестве водорастворимых солей в водной вытяжке из грунтов.

7.1.1 Аппаратура и реактивы

Кондуктометр с диапазоном измерений от 0,01 до 20 мСм и погрешностью измерений не более 5 %.

Термометр лабораторный с диапазоном измерений от 0 °С до 55 °С, с ценой деления 0,5 °С по ГОСТ 29224.

Весы лабораторные 2-го класса точности и 4-го класса точности по ГОСТ OIML R 76-1.

Посуда мерная лабораторная не ниже 2-го класса точности по ГОСТ 1770 (цилиндры, мензурки).

Секундомер по действующим нормативным документам или часы по ГОСТ 3309.

Шкаф сушильный с терморегулятором по ГОСТ 14919.

Стеклянная посуда по ГОСТ 25336 (стаканы, колбы конические, воронки конические, эксикаторы и др.).

Бумага фильтровальная марки Ф по ГОСТ 12026.

Калий хлористый по ГОСТ 4234.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

7.1.2 Подготовка к анализу

7.1.2.1 Приготовление водной вытяжки из грунтов

Пробу грунта, отобранную по ГОСТ 12071, высушивают, растирают и просеивают через сито 1 мм. Согласно ГОСТ 5180 определяют гигроскопическую влажность высушиванием до постоянной массы. Навеску абсолютно сухого грунта или соответствующее количество воздушно-сухого грунта с учетом гигроскопической влажности взвешивают на технических весах с точностью до 0,1 г, помещают в коническую колбу и заливают пятикратным количеством дистиллированной воды (в соотношении 1:5) с использованием мерного цилиндра не ниже 2-го класса точности. Для грунта с содержанием органического вещества более 50 % или при наличии в грунте большого количества сульфатов количество дистиллированной воды увеличивают до соотношения 1:10. Массу навески выбирают исходя из количества определяемых показателей. Колбу закрывают резиновой пробкой и перемешивают в течение 3—5 мин, после чего суспензию фильтруют через сухой складчатый бумажный фильтр (как правило, двойной) в колбу-приемник. Для грунта с содержанием органического вещества более 50 % или при наличии в грунте большого количества сульфата кальция (гипса или ангидрита) суспензию оставляют стоять в течение 24 ч, а потом фильтруют. Фильтр помещают в воронку так, чтобы он лежал на 0,5—1 см ниже края воронки. Перед тем как вылить суспензию на фильтр, содержимое колбы взбалтывают, чтобы взмутить навеску и перенести на фильтр по возможности весь грунт. Мутные фильтраты возвращают на фильтр до тех пор, пока они не станут прозрачными. По окончании фильтрования прозрачные фильтраты перемешивают и используют для анализа.

Для снижения вероятности внесения посторонних примесей фильтры из фильтровальной бумаги рекомендуется подготовить обработкой 1 %-ным раствором HCl (приложение А).

7.1.2.2 Приготовление раствора хлористого калия молярной концентрации c (KCl) = 0,01 моль/дм^3

Навеску 0,746 г хлористого калия, прокаленного до постоянной массы при температуре 500 °С, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и растворяют в дистиллированной воде, доводя объем раствора до метки.

7.1.2.3 Определение константы кондуктометрической ячейки (датчика)

Константу кондуктометрической ячейки (датчика) определяют в соответствии с инструкцией по эксплуатации кондуктометра или по приложению Б.

7.1.3 Проведение анализа

В фильтрат водной вытяжки, приготовленный по 7.1.2.1, или в суспензию (т. е. до проведения фильтрования) погружают датчик кондуктометра и измеряют электрическую проводимость. После каждого измерения датчик тщательно промывают водой и промокают фильтровальной бумагой. Если прибор не имеет температурного компенсатора, измеряют температуру вытяжек, находящихся в аналогичных условиях.

7.1.4 Результаты определений записывают в журнал.

7.1.5 Обработка результатов

Удельную электрическую проводимость анализируемой вытяжки X, мСм/см, вычисляют по формуле

$$X = a \cdot C \cdot K, \quad (1)$$

где a — измеренная электрическая проводимость вытяжки, мСм;

C — константа кондуктометрической ячейки (датчика), см$^{-1}$;

K — коэффициент температурной поправки.

Для увеличения степени достоверности получаемого результата рекомендуется суспензию выдерживать в закрытой колбе (емкости) в течение 24 ч, а только затем проводить измерение.

7.2 Определение степени засоленности по величине сухого остатка гравиметрическим методом

Гравиметрический метод определения степени засоленности по величине сухого остатка распространяется на минеральные глинистые, песчаные и крупнообломочные грунты (в части их заполнителя) с известным типом засоления.

Метод не распространяется на органо-минеральные и органические грунты.

Метод не позволяет определить тип засоления, только ее значение степени засоленности.

Сущность метода заключается в измерении сухого остатка водной вытяжки из грунтов с помощью выпаривания.

Метод дает относительное представление об общем количестве водорастворимых солей в водной вытяжке из грунтов, так как в раствор переходят и минеральные, и органические соединения.

Метод не применим при получении темноокрашенных и мутных вытяжек.

7.2.1 Аппаратура и реактивы

Шкаф сушильный с терморегулятором по ГОСТ 14919.

Баня водяная.

Посуда мерная лабораторная стеклянная по ГОСТ 1770.

Пипетки мерные 2-го класса по ГОСТ 29169 и ГОСТ 29227.

Чашка фарфоровая выпарительная 50—100 см^3 по ГОСТ 9147.

Эксикаторы по ГОСТ 25336.

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

7.2.2 Подготовка к анализу

7.2.2.1 Приготовление точного раствора натрия углекислого

Натрий углекислый Na_2CO_3, х. ч точный раствор готовят следующим образом: навеску 10 г безводной соды (высушенной при температуре 200 °С до постоянной массы и отвешенной на аналитических весах) растворяют в дистиллированной воде и доводят объем раствора дистиллированной водой до 1 дм^3.

1 см^3 раствора содержит 10 мг соды.

7.2.2.2 Приготовление водной вытяжки

Для анализа используют фильтраты водных вытяжек, приготовленных по 7.1.2.1.

7.2.3 Проведение анализа

7.2.3.1 Определение сухого остатка без добавления соды

Фильтрат в количестве от 5 до 50 $см^3$ выпаривают в предварительно высушенной до постоянной массы фарфоровой чашке. Выпариваемый фильтрат должен занимать не больше 1/2 объема чашка. При работе с вытяжкой из незасоленных грунтов объем пробы увеличивают до 100 $см^3$ и более. Если взятую пробу не представляется возможным выпарить за один прием, выпаривание проводят по частям. Выпаривание ведут на водяной бане с дистиллированной водой. Затем чашку с сухим остатком вытирают снаружи сухим полотенцем, помещают в термостат или сушильный шкаф при температуре (110 ± 5) °С и сушат до постоянной массы, охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

Результаты определений записывают в журнал.

7.2.3.1.1 Обработка результатов

Сухой остаток *S*, %, вычисляют по формуле

$$S = \frac{a \cdot V \cdot 100}{V_{пр} \cdot p}, \quad (2)$$

где *a* — вес сухого остатка, г,

V — объем всей вытяжки, $см^3$,

$V_{пр}$ — объем пробы вытяжки, взятой на анализ, $см^3$;

p — навеска абсолютно сухого грунта, г.

Данный метод определения сухого остатка дает несколько завышенные результаты вследствие гидролиза и гигроскопичности хлоридов магния и кальция и трудной отдачи кристаллизационной воды сульфатами кальция и магния. Эти недостатки устраняют прибавлением к выпариваемой воде х. ч карбоната натрия. При этом хлориды, сульфаты кальция и магния переходят в безводные карбонаты, а из натриевых солей лишь сульфат натрия обладает кристаллизационной водой, но ее полностью удаляют высушиванием сухого остатка при температуре от 150 °С до 180 °С.

7.2.3.2 Определение сухого остатка с добавлением х. ч карбоната кальция (при большом содержании в грунте хлоридов и сульфатов)

В фарфоровую чашку, высушенную до постоянной массы при температуре 150 °С, вносят точный 1 %-ный раствор углекислого натрия с таким расчетом, чтобы масса прибавленного х. ч карбоната кальция примерно в два раза превышала массу предполагаемого сухого остатка, и приливают взятый для определения сухого остатка объем фильтрата водной вытяжки. Раствор тщательно перемешивают стеклянной палочкой. Палочку обмывают дистиллированной водой, собирая воду в чашку с осадком. Чашку с выпаренным с х. ч карбонатом кальция сухим остатком помещают в холодный термостат и затем поднимают температуру до 150 °С. Выпаренный с х. ч карбонатом кальция сухой остаток высушивают до постоянной массы при температуре 150 °С.

Разность в массе между чашкой с сухим остатком и первоначальной массой чашки и х. ч карбоната кальция (1 $см^3$ раствора соды содержит 10 мг Na_2CO_3) дает значение сухого остатка во взятом объеме фильтрата водной вытяжки.

7.3 Определение степени засоленности по величине прокаленного остатка гравиметрическим методом

Гравиметрический метод определения степени засоленности по величине прокаленного остатка распространяется на глинистые, песчаные, крупнообломочные (в части их заполнителя), органо-минеральные и органические грунты с известным типом засоления.

Метод позволяет определить только общую величину степени засоленности, но не тип засоления.

Сущность метода заключается в измерении прокаленного остатка водной вытяжки из грунтов с помощью выпаривания и прокаливания.

Метод дает относительное представление об общем количестве водорастворимых солей в водной вытяжке из грунтов, поскольку в процессе прокаливания сухого остатка происходит значительное изменение выделяющихся из раствора солей.

Метод применим для анализа темноокрашенных и мутных вытяжек.

Для темноокрашенных прозрачных вытяжек допустимо не проводить прокаливание, а определить органическое вещество (гумус) методом окисляемости химического потребления кислорода и получен-

ную величину вычесть из величины сухого остатка. Подобная процедура недопустима для темноокрашенных мутных вытяжек.

7.3.1 Аппаратура и реактивы

Аппаратура и реактивы по 7.2.1, включая:

электропечь муфельную лабораторную или печь аналогичного типа с температурой нагрева не выше (1000 ± 25) °С;

фильтр беззольный «белая лента» диаметром 7 см.

7.3.2 Проведение анализа

Высушенный до постоянной массы и взвешенный сухой остаток, определенный по 7.2.3.1, прокаливают в той же чашке в муфельной печи при температуре 600 °С в течение 10—15 мин с момента достижения указанной температуры. Если за это время остаток не побелеет, чашку охлаждают и смачивают ее содержимое несколькими каплями дистиллированной воды. Подсушивают остаток на водяной бане и повторно ставят в муфельную печь еще на 10—15 мин, отсчитываемых с момента достижения печью температуры 600 °С. Если и в этот раз остаток не побелеет, то его растворяют в воде, частицы угля отфильтровывают через беззольный фильтр «белая лента» диаметром 7 см, выпаривают фильтрат в этой же чашке на водяной бане досуха, озоляют в ней фильтр с углем и повторяют прокаливание.

В случае темноокрашенной вытяжки рекомендуется использовать наименьший объем этой вытяжки.

После полного сгорания органических веществ чашку с остатком охлаждают в эксикаторе, взвешивают и по достижении постоянной массы вычисляют процентное содержание легкорастворимых минеральных солей.

7.3.3 Обработка результатов

Прокаленный остаток S', %, вычисляют по формуле (2).

7.4 Определение степени засоленности по сумме концентраций легкорастворимых солей

Метод определения степени засоленности вычислением суммы процентного содержания главнейших ионов (общей минерализации) распространяется на глинистые, песчаные, крупнообломочные (в части их заполнителя), органоминеральные и органические грунты с неизвестным типом засоления.

Метод позволяет определять общую величину степени засоленности и тип засоления.

Сущность метода заключается в измерении процентного содержания главнейших ионов и суммировании полученных значений.

Метод дает наиболее полное представление о содержании легкорастворимых солей в водной вытяжке из грунтов.

Общую минерализацию вытяжки можно представить как сумму содержания ионов $\Sigma(CO_3^{2-} + HCO_3^- + Cl^- + SO_4^{2-} + Ca^{2+} + Mg^{2+} + Na^+ + K^+)$.

Если содержание других ионов (Fe^{2+}, NO_{3-} и т. п.) превышает 0,1 мг на 100 г грунта, эти ионы также суммируют. Содержание ионов определяют с использованием действующих аттестованных методик выполнения измерений. Содержание Fe^{3+} и SiO_3^{2-} в большинстве вытяжек незначительно и при подсчете суммы ионов не принимается во внимание.

Рекомендуется вначале проводить экспресс-определение степени засоленности, используя методы, изложенные в 7.1 (в случае хлоридного типа засоления) или 7.2 и 7.3 (в случае любого типа засоления), а также определение состава легкорастворимых солей только в засоленных грунтах.

Результат определения содержания ионов N выражают в миллиграмм·эквивалент на 100 г абсолютно сухого грунта с округлением до двух значащих цифр, в процентах с округлением до трех значащих цифр и в эквивалент-процентах, которые вычисляют по формуле

$$N = \frac{c \cdot 100}{\Sigma c} \%, \qquad (3)$$

где c — содержание ионов, мг·экв на 100 г абсолютно сухого грунта;

Σc — сумма анионов и катионов, мг·экв на 100 г абсолютно сухого грунта.

7.4.1 Определение pH водной вытяжки (суспензии) потенциометрическим методом

7.4.1.1 Аппаратура и реактивы

pH-метр или иономер с погрешностью измерений не более 0,05 pH.

Электрод стеклянный для определения активности ионов водорода.

Электрод сравнения хлорсеребряный насыщенный образцовый 2-го разряда по ГОСТ 17792 или аналогичный.

Или электрод комбинированный.

Калий хлористый по ГОСТ 4568.

7.4.1.2 Приготовление водной вытяжки

Для анализа используют фильтраты водных вытяжек, приготовленных по 7.1.2.1, или суспензии до фильтрования.

7.4.1.3 Проведение анализа

Анализ проводят в соответствии с инструкцией по эксплуатации pH-метра.

7.4.1.4 Результаты определений записывают в журнал.

Значение pH снимают с точностью до 0,1 ед. pH.

Обязательным является регистрация в журнале и протоколе, какой pH измерялся: pH фильтрата водной вытяжки или pH суспензии, так как результаты могут отличаться (как правило, pH суспензии выше pH водной вытяжки).

Допускаемое абсолютное отклонение при доверительной вероятности P = 0,95 результатов двух повторных анализов от их среднего арифметического при выборочном контроле составляет 0,1 ед. pH.

7.4.2 Определение ионов карбоната и бикарбоната в водной вытяжке методом титрования

Сущность метода заключается в титровании раствором соляной кислоты в фильтрате водной вытяжки ионов карбоната до pH 8,3, бикарбоната — до pH 4,4. Конечную точку титрования устанавливают с помощью pH-метра или по изменению окраски индикаторов — фенолфталеина (pH 8,3) и метилового оранжевого (pH 4,4).

Для анализа темноокрашенных вытяжек титрование с использованием индикаторов не применяют.

7.4.2.1 Аппаратура и реактивы

pH-метр или иономер с погрешностью измерений не более 0,05 pH.

Электрод стеклянный для определения активности ионов водорода.

Электрод сравнения хлорсеребряный насыщенный образцовый 2-го разряда по ГОСТ 17792 или аналогичный.

Блок автоматического титрования или аналогичный прибор.

Мешалка магнитная.

Вместо вышеперечисленного оборудования — станция для потенциометрического титрования с погрешностью измерений не более 0,05 pH.

Бюретки вместимостью от 10 до 25 $см^3$ 2-го класса точности по ГОСТ 29251.

Дозаторы с погрешностью дозирования не более 1 % или пипетки 2-го класса точности по ГОСТ 29169.

Стаканы химические вместимостью 100 $см^3$ по ГОСТ 25336.

Посуда мерная лабораторная 2-го класса точности по ГОСТ 1770.

Кислота соляная, стандарт-титр c (HCl) = 0,1 моль/$дм^3$ (0,1 Н).

Фенолфталеин, индикатор по ГОСТ 4919.1, раствор с массовой долей 2 % в этиловом спирте.

Метиловый оранжевый, индикатор по ГОСТ 4919.1, раствор с массовой долей 0,1 %.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

7.4.2.2 Подготовка к анализу

Готовят раствор соляной кислоты концентрации c (HCl) = 0,1 моль/$дм^3$ (0,1 Н) из стандарт-титра.

Затем готовят раствор соляной кислоты концентрации c (HCl) = 0,02 моль/$дм^3$ (0,02 Н). Отбирают пипеткой 100 $см^3$ 0,1 Н раствора в мерную колбу вместимостью 500 $см^3$, доводят объем до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают. Раствор хранят в склянке с притертой пробкой не более 3 мес.

Для анализа используют фильтраты вытяжек, приготовленных по 7.1.2.1.

7.4.2.3 Проведение анализа

Отбирают дозатором или пипеткой от 20 до 100 $см^3$ водной вытяжки в химический стакан и помещают стакан на магнитную мешалку. Заполняют бюретку раствором соляной кислоты концентрации 0,02 моль/$дм^3$. В пробу вытяжки погружают электродную пару и кончик дозирующей трубки бюретки. На блоке автоматического титрования задают значение pH конечной точки титрования, равное 8,3. Включают магнитную мешалку, pH-метр и блок автоматического титрования. Когда показания pH-метра установятся, открывают кран бюретки, титруют пробу до pH 8,3 и регистрируют расход кислоты. Если

pH вытяжки ниже 8,3, то отмечают, что карбонаты отсутствуют, и определяют только бикарбонаты. Задают на блоке автоматического титрования значение pH конечной точки титрования, равное 4,4, и продолжают титрование. По окончании титрования регистрируют расход кислоты по бюретке.

При отсутствии блока автоматического титрования пробы титруют вручную. Значение pH контролируют с помощью pH-метра или визуально по индикаторам. При использовании индикаторов сначала к пробе прибавляют 1—2 капли 2 %-ного раствора фенолфталеина и, если раствор приобретает малиновую окраску, титруют до ее исчезновения (pH 8,3). Затем прибавляют 1—3 капли 0,1 %-ного раствора метилового оранжевого и титруют раствор до перехода окраски от желтой к оранжевой (pH 4,4). Если вытяжка не дает окрашивания с фенолфталеином, это указывает на отсутствие карбонатов. В данном случае титруют только бикарбонаты, прибавив метиловый оранжевый.

7.4.2.4 Результаты определений записывают в журнал.

7.4.2.5 Обработка результатов

Содержание ионов карбоната CO_3^{2-}, мг·экв на 100 г абсолютно сухого грунта, вычисляют по формуле

$$CO_3^{2-} = \frac{2 \cdot a \cdot n \cdot V \cdot 100}{V_{пр} \cdot p}, \quad (4)$$

где 2 — коэффициент, учитывающий, что при pH 8,3, карбонат ионов оттитрован наполовину;

a — объем раствора соляной кислоты, израсходованной на титрование пробы до pH 8,3, см^3;

n — нормальность раствора соляной кислоты;

V — объем всей водной вытяжки, см^3;

$V_{пр}$ — объем пробы вытяжки, взятой на титрование, см^3;

p — навеска абсолютно сухого грунта, г.

Содержание иона карбоната CO_3^{2-}, %, вычисляют по формуле

$$CO_3^{2-} = CO_3^{2-} \quad 0{,}030 \text{ (мг·экв /100 г)}. \quad (5)$$

Содержание иона бикарбоната HCO_3^-, мг·экв на 100 г абсолютно сухого грунта, вычисляют по формуле

$$HCO_3^- = \frac{(a_1 - a) \cdot n \cdot V \cdot 100}{V_{пр} \cdot p}, \quad (6)$$

где a_1 — объем раствора соляной кислоты, израсходованной на титрование пробы, до pH 8,3, см^3;

a — объем раствора соляной кислоты, израсходованной на титрование пробы от pH 8,3 (или ниже, если отсутствует карбонат-ион) до pH 4,4, см^3;

n — нормальность раствора соляной кислоты;

V — объем всей водной вытяжки, см^3;

$V_{пр}$ — объем пробы вытяжки, взятой на титрование, см^3;

p — навеска абсолютно сухого грунта, г.

Содержание ионов бикарбоната HCO_3^-, %, вычисляют по формуле

$$HCO_3^- = HCO_3^- \text{ (мг·экв /100 г)} \cdot 0{,}061. \quad (7)$$

7.4.3 Определение иона хлорида в водной вытяжке аргентометрическим методом по Мору

Сущность метода заключается в титровании иона хлорида в водной вытяжке 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 раствора от желтой к красно-бурой.

7.4.3.1 Аппаратура и реактивы

Весы лабораторные 2-го класса точности и 4-го класса точности по ГОСТ 1770.

Бюретка вместимостью 10 см^3 2-го класса точности по ГОСТ 29251.

Дозаторы с погрешностью дозирования не более 1 % или пипетки 2-го класса точности по ГОСТ 29169 и ГОСТ 29227.

Посуда мерная лабораторная 2-го класса точности по ГОСТ 1770.

Колбы конические по ГОСТ 25336.

Калий хромовокислый по ГОСТ 4459, х. ч или ч. д. а, раствор с массовой долей 10 %.

Калий хлористый по ГОСТ 4234, х. ч или стандарт-титр, *с* (KCl) = 0,1 моль/дм^3 (0,1 Н).

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, х. ч или ч. д. а или стандарт-титр, *с* ($AgNO_3$) = 0,1 моль/дм^3 (0,1 Н).

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

7.4.3.2 Подготовка к анализу

7.4.3.2.1 Приготовление раствора хлорида концентрации 0,1 моль/дм^3

Навеску 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 см^3 и растворяют в дистиллированной воде, доводя объем раствора до метки. Приготовленный раствор тщательно перемешивают.

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

Для приготовления раствора допускается использовать стандарт-титр хлористого калия или хлористого натрия, а также государственные стандартные образцы состава хлорид-иона с концентрацией 1 или 10 мг/см^3.

7.4.3.2.2 Приготовление раствора хлорида концентрации 0,01 Н

10 см^3 раствора, приготовленного по 7.4.3.2.1, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доводят объем до метки дистиллированной водой.

Раствор готовят в день применения.

7.4.3.2.3 Приготовление раствора азотнокислого серебра концентрации 0,02 Н

Навеску 3,4 г азотнокислого серебра, взвешенного с погрешностью не более 0,1 г, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и растворяют в дистиллированной воде, доводя объем до метки. Точную концентрацию раствора проверяют титрованием. Для этого отбирают 10 см^3 раствора хлорида концентрации 0,01 Н в коническую колбу, приливают 1 см^3 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 среднеарифметическое результатов трех титрований. Точную концентрацию раствора азотнокислого серебра *X*, Н, вычисляют по формуле

$$X = \frac{0{,}01 \cdot V}{V_1}, \qquad (8)$$

где 0,01 — концентрация раствора хлорида, взятого для титрования, Н;

V — объем раствора хлорида, взятый для титрования, см^3;

V_1 — объем раствора азотнокислого серебра, прошедший на титрование, см^3.

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

Для приготовления раствора допускается использовать стандарт-титр азотнокислого серебра с концентрацией 0,1 Н.

7.4.3.2.4 Приготовление водной вытяжки

Для анализа используют фильтраты вытяжек, приготовленных по 7.1.2.1.

7.4.3.2.5 Проведение анализа

Пробу водной вытяжки объемом от 1 до 20 (100) см^3 отбирают дозатором или пипеткой в коническую колбу, приливают дистиллированную воду до объема 20 (100) см^3, 1 см^3 раствора хромовокислого калия с массовой долей 10 % и титруют 0,02 Н раствором азотнокислого серебра при энергичном взбалтывании до перехода окраски от желтой к неисчезающей красно-бурой.

Объем аликвоты на анализ подбирают таким образом, чтобы на титрование потребовалось не более 5 мл 0,02 Н раствора азотнокислого серебра. В случае высокого хлоридного засоления грунта допустимо увеличить нормальность раствора азотнокислого серебра до 0,04 Н или 0,05 Н.

В случае получения темноокрашенной вытяжки из грунта определение проводят в остатке после прокаливания. Определенное количество водной вытяжки (в зависимости от содержания определяемых ионов) помещают в фарфоровую чашку, выпаривают на водяной бане досуха и прокаливают сухой остаток, как описано в 7.3. Затем прокаленный остаток растворяют в дистиллированной воде, отфильтровывают частицы угля (если они остались), тщательно промывают фильтр водой и определяют содержание иона хлорида титрованием азотнокислым серебром, как указано выше.

7.4.3.2.6 Результаты определений записывают в журнал.

7.4.3.2.7 Обработка результатов

Содержание иона хлорида Cl^-, мг·экв на 100 г абсолютно сухого грунта, вычисляют по формуле

$$Cl^- = \frac{a \cdot n \cdot V \cdot 100}{V_{пр} \cdot p}, \quad (9)$$

где a — количество азотнокислого серебра, израсходованного на титрование, $см^3$;

n — нормальность раствора азотнокислого серебра;

V — объем всей вытяжки, $см^3$;

$V_{пр}$ — объем пробы вытяжки, взятой на титрование, $см^3$;

p — навеска абсолютно сухого грунта, г.

Содержание иона хлорида Cl^-, %, вычисляют по формуле

$$Cl^- = Cl^- \text{ (мг·экв /100 г)} \quad 0{,}0355. \quad (10)$$

7.4.4 Определение иона сульфата гравиметрическим методом

Сущность метода заключается в осаждении ионов сульфата раствором хлористого бария и взвешивании прокаленного остатка. Для предотвращения осаждения карбоната, фосфата бария и других соединений анализируемую пробу подкисляют соляной кислотой.

7.4.4.1 Аппаратура и реактивы

Весы лабораторные 2-го класса точности по ГОСТ 1770.

Дозаторы с погрешностью дозирования не более 1 % или пипетки 2-го класса точности по ГОСТ 29169 и ГОСТ 29227.

Печь муфельная, обеспечивающая температуру нагрева от 700 °С до 750 °С.

Баня водяная.

Электроплитка или баня песчаная.

Воронки стеклянные по ГОСТ 25336.

Эксикатор с прокаленным хлористым кальцием или силикагелем.

Стаканы химические вместимостью 100 $см^3$ по ГОСТ 25336.

Чашки фарфоровые.

Тигли фарфоровые.

Стекла часовые.

Палочки стеклянные.

Посуда мерная лабораторная 2-го класса точности по ГОСТ 1770.

Барий хлористый 2-водный по ГОСТ 4108, х. ч или ч. д. а, раствор с массовой долей 10 %.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч или ч. д. а, разбавленная дистиллированной водой в отношении 1:3 и 1:100.

Кислота серная по ГОСТ 4204, х. ч или ч. д. а, раствор с массовой долей 10 %.

Метиловый оранжевый, индикатор, ч. д. а, раствор, приготовленный по ГОСТ 4919.1.

Фильтры обеззоленные «синяя лента» диаметром 7 см.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

7.4.4.2 Подготовка к анализу

Для анализа используют фильтраты вытяжек, приготовленных по 7.1.2.1.

7.4.4.3 Проведение анализа

Отбирают дозатором или пипеткой от 5 до 50 $см^3$ анализируемой вытяжки в химический стакан (объем пробы вытяжки выбирают исходя из качественной реакции по приложению В, значение образующегося осадка не должно превышать 200 мг). При малом содержании сульфатов в водной вытяжке рекомендуется увеличить объем аликвоты на анализ до 100 $см^3$ или 200 $см^3$.

К пробе прибавляют дистиллированную воду до общего объема раствора 50 $см^3$, 3 капли раствора метилового оранжевого и подкисляют соляной кислотой, разбавленной 1:3 до кислой реакции, добавив избыток кислоты в 3—4 капли. Если при этом раствор мутнеет, его фильтруют через обеззоленный фильтр в чистый химический стакан. Фильтр промывают соляной кислотой, разбавленной 1:100, тремя порциями по 3—5 $см^3$.

При анализе темноокрашенных вытяжек пробу помещают в фарфоровую чашку, выпаривают на водяной бане досуха, получившийся остаток прокаливают в муфельной печи в течение 2 ч при температуре 600 °С. После охлаждения чашки прокаленный остаток смачивают 1 $см^3$ разбавленной 1:3 соляной кислотой и выпаривают кислоту досуха на водяной бане. Остаток растворяют при нагревании в разбавленной 1:100 соляной кислоте и фильтруют раствор в чистый химический стакан через обеззоленный фильтр. Чашку и фильтр промывают разбавленной 1:100 соляной кислотой, доводя объем фильтрата до 50 $см^3$.

Стакан с разбавленной и подкисленной пробой вытяжки нагревают до кипения. К горячему раствору прибавляют по каплям 10 $см^3$ раствора хлористого бария с массовой долей 5 %, тщательно перемешивая раствор палочкой после прибавления каждой капли. Стакан накрывают часовым стеклом и продолжают кипятить в течение 5 мин, затем стакан с осадком оставляют в теплом месте на 4 ч.

Затем делают пробу на полноту осаждения сульфата бария. Для этого в прозрачный отстоявшийся раствор по стенке стакана приливают несколько капель раствора хлористого бария с массовой долей 5 %. Если около стенки образуется муть, в раствор добавляют еще 5 $см^3$ раствора хлористого бария, нагревают до кипения и дают осадку отстояться.

Затем раствор фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента», предварительно дважды обработанный горячей дистиллированной водой для уменьшения пористости фильтра. Осадок количественно переносят декантацией на фильтр. Частицы осадка со стенок стакана удаляют кусочком влажной фильтровальной бумаги, стакан несколько раз обмывают дистиллированной водой. Затем осадок промывают на фильтре горячей дистиллированной водой, подкисленной соляной кислотой, до прекращения реакции на барий (раствор серной кислоты с массовой долей 10 %).

Фильтр с осадком подсушивают на воронке, помещают в предварительно прокаленный и взвешенный с погрешностью не более 0,001 г фарфоровый тигель и ставят в холодную муфельную печь. Осадок прокаливают в течение 60 мин при температуре от 700 °С до 750 °С (при температуре выше 800 °С осадок разлагается). Затем тигель охлаждают в эксикаторе и взвешивают с погрешностью не более 0,001 г. Таким же образом проводят «холостой» опыт, взяв вместо пробы вытяжки 50 $см^3$ дистиллированной воды.

7.4.4.4 Результаты определений записывают в журнал.

7.4.4.5 Обработка результатов

Содержание иона сульфата SO_4^{2-}, %, вычисляют по формуле

$$SO_4^{2-} = \frac{a \cdot 0{,}4115 \cdot V \cdot 100}{V_{пр} \cdot p}, \quad (11)$$

где a — вес прокаленного осадка с учетом холостого опыта, г;

0,4115 — коэффициент пересчета $BaSO_4$ на SO_4^{2-};

V — объем всей вытяжки, $см^3$;

$V_{пр}$ — объем пробы вытяжки, взятой для анализа, $см^3$;

p — навеска абсолютно сухого грунта, г.

Содержание иона сульфата SO_4^{2-}, мг·экв на 100 г абсолютно сухого грунта, вычисляют по формуле

$$SO_4^{2-} = SO_4^{2-} / 0{,}048. \quad (12)$$

Допускается определять ионы сульфата турбидиметрическим методом по ГОСТ 26426.

7.4.5 Определение общей жесткости, ионов кальция и магния комплексонометрическим титрованием

Сущность метода заключается в способности трилона Б (двунатриевая соль этилен-диаминтетрауксусной кислоты $C_{10}H_{14}{\cdot}N_2Na_2O_8{\cdot}2H_2O$) обеспечивать прочные комплексные соединения с ионами кальция и магния.

Определению общей жесткости мешает присутствие в водной вытяжке ионов меди, марганца, железа и алюминия. В присутствии меди окраска индикатора не меняется, так как ионы меди образуют с ним соединения, которые не разрушаются трилоном Б. В присутствии ионов марганца в щелочной среде выделяется $MnO(OH)_2$, который адсорбирует индикатор, и окраска раствора становится серой. Для устранения вредного влияния ионов меди, небольших количеств железа и алюминия их следует перенести в труднорастворимую форму. В отмеренную для титрования пробу воды прибавляют 1 $см^3$ раствора сульфида натрия ($Na_2S·9H_2O$). Для устранения вредного влияния ионов марганца в отмеренную для титрования пробу воды прибавляют 5 капель 1 %-ного раствора солянокислого гидроксиламина.

7.4.5.1 Аппаратура и реактивы

Весы лабораторные 2-го класса точности по ГОСТ 1770.

Дозаторы с погрешностью дозирования не более 1 % или пипетки 2-го класса точности по ГОСТ 29169 и ГОСТ 29227.

Бюретка 2-го класса точности по ГОСТ 29251.

Посуда мерная лабораторная 2-го класса точности по ГОСТ 1770.

Колбы конические по ГОСТ 25336.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч или ч. д. а.

Магний сернокислый 7-водный по ГОСТ 4523, х. ч или ч. д. а.

Кальций углекислый по ГОСТ 4530, х. ч.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773, х. ч.

Аммиак водный 25 %-ный по ГОСТ 3760, х. ч или ч. д. а.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233, х. ч или ч. д. а.

Эриохром черный Т по ГОСТ 4919.1.

Флуорексон по ГОСТ 4919.1.

Трилон Б х. ч или ч. д. а или стандарт-титр с c = 0,1 Н;

Натрий сернистый по ГОСТ 2053, х. ч или ч. д. а.

Гидроксиламин солянокислый по ГОСТ 5456, х. ч или ч. д. а.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

7.4.5.2 Подготовка к проведению анализа

7.4.5.2.1 Приготовление стандартного раствора солей кальция и магния

Раствор готовят из смеси 0,1 Н раствора солей кальция и магния в соотношении 3:1. Навеску 3,0090 г безводного сернокислого магния (получаемого высушиванием при температуре 240 °С семиводного гидрата) растворяют в мерной колбе с дистиллированной водой и объем доводят до 500 $см^3$. В другую мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$ вносят навеску 5,0050 г химически чистого углекислого кальция, приливают 10 $см^3$ дистиллированной воды и по каплям вводят соляную кислоту (1:1), избегая ее избытка, до полного растворения карбоната. Затем добавляют дистиллированную воду до метки.

Для приготовления 0,05 Н стандартного раствора отмеряют в мерную колбу вместимостью 200 $см^3$ 75 $см^3$ 0,1 Н раствора хлористого кальция и 25 $см^3$ 0,1 Н раствора сернокислого магния, после чего доливают дистиллированной водой до метки.

7.4.5.2.2 Приготовление 0,05 Н раствора трилона Б

Готовят из стандарт-титра или из навески трилона Б. Для приготовления из трилона Б берут навеску 9,31 г, растворяют в мерной колбе дистиллированной водой и доводят объем до 1000 $см^3$.

7.4.5.2.3 Установление нормальности раствора трилона Б

В коническую колбу вместимостью 250 мл отмеряют пипеткой 20 $см^3$ 0,05 Н стандартного раствора Ca^{2+} и Mg^{2+}, добавляют мензуркой 30 $см^3$ дистиллированной воды и 5 $см^3$ буферного раствора. Жидкость перемешивают и к ней добавляют 0,1 г смеси индикатора, после чего титруют раствором трилона Б по каплям при сильном взбалтывании. Нормальность раствора H трилона Б вычисляют по формуле

$$H = \frac{H_1 \cdot V_1}{V}, \quad (13)$$

где H_1 — нормальность стандартного раствора;

V_1 — объем стандартного раствора, взятый на определение, $см^3$;

V — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, $см^3$.

7.4.5.2.4 Приготовление буферного раствора

Навеску 50 г х. ч хлористого аммония растворяют в дистиллированной воде, добавляют 250 $см^3$ 20 %-ного раствора аммиака и доводят объем раствора дистиллированной водой до 1000 $см^3$.

7.4.5.2.5 Приготовление смеси индикатора

0,5 г индикатора растирают с 50 г х. ч хлорида натрия или калия.

7.4.5.2.6 Приготовление водного раствора натрия сернистого

Навеску 5 г сернокислого натрия девятиводного или 3,7 г сернокислого натрия пятиводного растворяют в 100 см^3 дистиллированной воды. Раствор хранят в склянке с резиновой пробкой.

7.4.5.2.7 Приготовление 1 %-ного водного раствора гидроксиламина солянокислого

Навеску 1 г солянокислого гидроксиламина растворяют в дистиллированной воде и доводят объем до 100 см^3.

7.4.5.2.8 Приготовление водной вытяжки

Для анализа используют фильтраты вытяжек, приготовленных по 7.1.2.1.

7.4.5.3 Проведение анализа

В две конические колбы вместимостью 250 см^3 отмеряют пипеткой по 1—25 см^3 исследуемой водной вытяжки, объем доводят до 100 см^3 дистиллированной водой.

Объем аликвоты на анализ подбирают таким образом, чтобы на титрование потребовалось не более 5 мл раствора 0,05 Н трилона Б. При малом содержании солей жесткости в водной вытяжке рекомендуется титрование проводить 0,02 Н раствором трилона Б.

В первую колбу к взятому на анализ объему воды прибавляют 5 см^3 буферного раствора и около 0,1 г смеси индикатора эриохрома черного Т, применяемого для анализа, 5 капель 1 %-ного раствора солянокислого гидроксиламина и 1 см^3 раствора сульфида натрия, во вторую — 2 см^3 20 % раствора щелочи и 0,1 г индикатора флуорексона.

Растворы перемешивают и медленно титруют раствором 0,05 Н трилона Б при интенсивном встряхивании до изменения окраски индикатора в первой колбе с сиреневой на синюю с зеленоватым оттенком, во второй — до прекращения опалесценции на черном фоне. Конец титрования наиболее четко регистрируется, если рядом поставить оттитрованную пробу, до цвета которой и следует титровать анализируемую пробу.

На титрование холостого опыта (100 мл дистиллированной воды) должно потребоваться не более 1 капли 0,02 Н трилона Б. Ионы кальция и магния из дистиллированной воды устраняются ее повторной перегонкой.

7.4.5.4 Результаты определений записывают в журнал.

7.4.5.5 Обработка результатов

Общую жесткость G, мг·экв на 100 г абсолютно сухого грунта, вычисляют по формуле

$$G = \frac{a \cdot n \cdot k \cdot V \cdot 100}{V_{пр} \cdot p}, \quad (14)$$

где a — количество трилона Б, израсходованного на титрование в присутствии эриохрома черного Т, см^3;

n — нормальность раствора трилона Б;

k — поправка к нормальности трилона Б;

V — объем всей вытяжки, см^3;

$V_{пр}$ — объем пробы вытяжки, взятой на титрование, см^3;

p — навеска абсолютно сухого грунта, г.

Содержание ионов кальция Ca^{2+}, мг·экв 100 г абсолютно сухого грунта, вычисляют по формуле

$$Ca^{2+} = \frac{a \cdot n \cdot k \cdot V \cdot 100}{V_{пр} \cdot p}, \quad (15)$$

где a — количество трилона Б, израсходованного на титрование в присутствии флуорексона, см^3;

n — нормальность раствора трилона Б;

k — поправка к нормальности трилона Б;

V — объем всей вытяжки, см^3;

$V_{пр}$ — объем пробы вытяжки, взятой на титрование, см^3;

p — навеска абсолютно сухого грунта, г.

Содержание иона кальция Ca^{2+}, %, вычисляют по формуле

$$Ca^{2+} = Ca^{2+} \quad 0{,}02004. \tag{16}$$

Содержание иона магния Mg^{2+}, мг·экв на 100 г абсолютно сухого грунта, вычисляют по разности:

$$Mg^{2+} = G - Ca^{2+}, \tag{17}$$

где G — общая жесткость, мг·экв на 100 г абсолютно сухого грунта.

Содержание иона магния Mg^{2+}, %, вычисляют по формуле

$$Mg^{2+} = Ca^{2+} \cdot 0{,}01216. \tag{18}$$

7.4.6 Определение ионов натрия и калия расчетным методом

В грунте преобладают ионы натрия, калия, магния и кальция, гидрокарбонаты, хлориды, сульфаты. Остальные ионы, как правило, находятся в незначительных количествах. Если сумма анионов, выраженная в миллиграмм-эквивалентах на 100 г абсолютно сухого грунта, больше суммы катионов (кальция и магния), можно рассчитать суммарную концентрацию ионов калия и натрия, выраженную в миллиграмм-эквивалентах на 100 г абсолютно сухого грунта, по разности суммарных концентраций анионов и катионов.

В зоне влияния техногенных загрязнений на химический состав грунтов, особенно при поступлении натрия и калия из техногенного источника загрязнения, определять суммарную концентрацию натрия и калия расчетным методом не рекомендуется.

Так как содержание растворимых солей калия в грунте незначительно, то результаты расчета представляют содержанием иона натрия по формуле

$$\text{мг·экв } Na^{+} = \sum\text{анионов} - \sum\text{катионов}; \tag{19}$$

$$\text{мг·экв } Na^{+} = (HCO_3^{-} + Cl^{-} + SO_4^{2-}) - (Ca^{2+} + Mg^{2+});$$

$$\%\ Na^{+} = \text{мг·экв} \cdot 0{,}023.$$

При расчете содержания ионов натрия по разности на это значение падают все ошибки аналитического определения анионов и катионов, поэтому содержание ионов натрия, определенное по расчетному методу, считать точным не представляется возможным. Контроль погрешности проводят при выполнении измерений содержания катионов и анионов, участвующих в расчете.

7.5 Определение гипса гравиметрическим методом

Сущность метода заключается в извлечении гипса из пробы грунта раствором соляной кислоты, в осаждении ионов сульфата раствором хлористого бария и взвешивании прокаленного остатка.

7.5.1 Аппаратура и реактивы

Аппаратура и реактивы соответствуют приведенным в 7.4.4.1.

7.5.2 Подготовка к анализу

7.5.2.1 Приготовление 0,2 Н раствора соляной кислоты

16 $см^3$ концентрированной HCl приливают к 500 $см^3$ дистиллированной воды и доводят раствор до 1000 $см^3$ дистиллированной водой.

7.5.2.2 Приготовление солянокислой вытяжки

Пробу грунта, отобранную по ГОСТ 12071, высушивают, растирают и просеивают через сито 0,25 мм. Согласно ГОСТ 5180 определяют гигроскопическую влажность высушиванием до постоянной массы. Навеску абсолютно сухого грунта или соответствующее количество воздушно-сухого грунта с учетом гигроскопической влажности взвешивают на аналитических весах с точностью до 0,001 г, помещают в мерную колбу или термостойкий мерный стакан емкостью 200 мл и заливают 100 мл 0,2 Н раствора HCl. Массу навески выбирают исходя из ожидаемого количества гипса в грунте. В грунтах с высоким содержанием гипса навеска должна составлять от 0,2 до 1 г, с незначительным — от 1 до 5 г. Суспензию тщательно перемешивают и оставляют стоять в течение 24 ч. Затем суспензию отфильтровывают через бумажный фильтр «синяя лента», предварительно подготовленный обработкой 1 %-ным раствором HCl (приложение А). Грунт на фильтре отмывают методом декантации от сульфат-иона 0,2 Н

раствором HCl небольшими порциями. Отмывку завершают после исчезновения сульфат-ионов (качественная реакция с 5 %-ным раствором $BaCl_2$) в последних порциях фильтрата. Фильтрат в мерной колбе доводят дистиллированной водой до метки 200 мл. Если отмывка от сульфат-ионов не завершилась по достижении риски в 200 мл, то фильтрат упаривают в термостойком мерном стакане и доводят до 200 мл.

7.5.3 Проведение анализа

Из мерной колбы берут 50 $см^3$ фильтрата в химический стакан емкостью 100 $см^3$, на песчаной бане фильтрат упаривают до 25 $см^3$.

К горячему раствору прибавляют по каплям 10 $см^3$ раствора хлористого бария с массовой долей 5 %, тщательно перемешивая раствор палочкой после прибавления каждой капли. Стакан накрывают часовым стеклом и продолжают кипятить в течение 5 мин, затем стакан с осадком оставляют в теплом месте на 4 ч.

Далее делают пробу на полноту осаждения сульфата бария. Для этого в прозрачный отстоявшийся раствор по стенке стакана приливают несколько капель раствора хлористого бария с массовой долей 5 %. Если около стенки образуется муть, в раствор добавляют еще 5 $см^3$ раствора хлористого бария, нагревают до кипения и дают осадку отстояться.

Затем раствор фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента», предварительно дважды обработанный горячей дистиллированной водой для уменьшения пористости фильтра. Осадок количественно переносят декантацией на фильтр. Частицы осадка со стенок стакана удаляют кусочком влажной фильтровальной бумаги, стакан несколько раз обмывают дистиллированной водой. Затем осадок промывают на фильтре горячей дистиллированной водой, подкисленной соляной кислотой до прекращения реакции на барий (раствор серной кислоты с массовой долей 10 %).

Фильтр с осадком подсушивают на воронке, помещают во взвешенный с погрешностью не более 0,001 г фарфоровый тигель и ставят в холодную муфельную печь. Осадок прокаливают в течение 60 мин при температуре от 700 °С до 750 °С (при температуре выше 800 °С осадок разлагается). Затем тигель охлаждают в эксикаторе и взвешивают с погрешностью не более 0,001 г. Аналогичным образом проводят «холостой» опыт, взяв вместо пробы вытяжки 50 $см^3$ дистиллированной воды.

7.5.4 Результаты определений записывают в журнал.

7.5.5 Обработка результатов

Общее содержание иона сульфата SO_4^{2-}, %, вычисляют по формуле

$$SO_4^{2-} = \frac{a \cdot 0{,}4115 \cdot V \cdot 100}{V_{пр} \cdot p}, \quad (20)$$

где a — вес прокаленного осадка с учетом «холостого» опыта, г;

0,4115 — коэффициент пересчета $BaSO_4$ на SO_4^{2-};

V — объем всей вытяжки, $см^3$;

$V_{пр}$ — объем пробы вытяжки, взятой для анализа, $см^3$;

p — навеска абсолютно сухого грунта, г.

Содержание гипса $CaSO_4$, %, вычисляют по формуле

$$CaSO_4 = (SO_4^{2-}{}_{общ} - SO_4^{2-}{}_{в/в}) \quad 1{,}417, \quad (21)$$

где 1,417 — коэффициент пересчета SO_4^{2-} в $CaSO_4$.

8 Контроль точности результатов измерений

8.1 Вычисление погрешности результатов при выборочном статистическом контроле

Систематическая погрешность результатов испытаний (при доверительной вероятности P = 95 %) не должна превышать предела Δ, рассчитанного по формуле, приведенной в приложении Г, при выполнении нижеприведенного условия.

Стандартное отклонение повторяемости [расхождение между результатами двух (трех) параллельных определений] при выборочном контроле не должно превышать (при доверительной вероятности P = 95 %) значения d_2 (d_3), приведенного в приложении Г. Расхождением между результатами трех

параллельных испытаний является разница между наибольшим и наименьшим значениями параллельных испытаний.

При невыполнении данного условия проводят повторную серию испытаний (два или три). Если и при повторной серии испытаний требования к точности не выполняются, то результаты контроля признают неудовлетворительными, испытания прекращают до выявления и устранения причин, вызывающих нарушение нормального хода испытания.

Отклонение между двумя средними результатами испытаний, полученными в различных условиях (например, при выборочном контроле внутрилабораторной прецизионности), не должно превышать (при доверительной вероятности P = 95 %) значения D, рассчитанного по формуле (Г.4) приложения Г.

Числовое значение систематической погрешности должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и соответствующее значение результата испытания.

8.2 Сопоставление результатов суммы процентного содержания анионов и катионов с величиной сухого или прокаленного остатка

Проверка точности результатов анализа водной вытяжки из грунтов прежде всего состоит в сопоставлении суммы процентного содержания анионов и катионов с величиной сухого или прокаленного остатка.

Относительное расхождение между величиной сухого остатка и суммой солей не должно превышать 20 % для засоленных грунтов. Если растворимые в воде соли кристаллизуются с большим количеством гидратной воды, трудно отдаваемой при высушивании остатка, то сумму солей сравнивают с величиной прокаленного остатка.

В темноокрашенных вытяжках сумму солей также сравнивают с величиной прокаленного остатка.

Если относительное расхождение между величиной сухого (прокаленного) остатка и суммой солей превышает 20 %, анализ водной вытяжки следует повторить.

Контроль проводят для всех засоленных грунтов при измерении содержания катионов и анионов в водной вытяжке. Допускается не проводить контроль при анализе темноокрашенных и мутных вытяжек.

Приложение А
(рекомендуемое)

Способ очистки фильтров из фильтровальной бумаги от минеральных примесей

Фильтры из фильтровальной бумаги обрабатывают 1 %-ным раствором HCl до потери качественной реакции на Ca^{2+}.

Затем промывают дистиллированной водой от Cl^- (до потери качественной реакции с раствором $AgNO_3$).

Далее фильтры высушивают на воздухе или в сушильном шкафу при температуре не выше 50 °С.

Приложение Б
(справочное)

Определение константы кондуктометрической ячейки (датчика)

Датчик кондуктометра погружают в раствор хлористого калия молярной концентрации c (KCl) = 0,01 моль/дм^3 и измеряют электрическую проводимость.

Константу датчика C, см$^{-1}$, вычисляют по формуле

$$C = \frac{1,41}{\alpha \cdot K}, \quad (Б.1)$$

где 1,41 — удельная электрическая проводимость раствора хлористого калия молярной концентрации c (KCl) = 0,01 моль/дм^3 при температуре 25 °С, мСм/см;

α — измеренная электрическая проводимость раствора хлористого калия молярной концентрации c (KCl) = 0,01 моль/дм^3, мСм;

K — коэффициент температурной поправки.

Если прибор имеет температурный компенсатор, коэффициент температурной поправки равен единице. При отсутствии температурного компенсатора измеряют температуру раствора хлористого калия с помощью лабораторного термометра и находят значение коэффициента по таблице Б.1.

Таблица Б.1 — Коэффициент температурной поправки при различных температурах раствора

Температура раствора, °С	K
15	1,254
16	1,224
17	1,196
18	1,168
19	1,142
20	1,118
21	1,092
22	1,067
23	1,044
24	1,021
25	1,000
26	0,979
27	0,960
28	0,941
29	0,923
30	0,906

Приложение В
(справочное)

Качественное определение сульфатов в водной вытяжке

В.1 Перед выполнением количественного определения сульфатов в водной вытяжке рекомендуется проводить качественное определение для подбора аликвоты водной вытяжки на количественный анализ.

Берут 5 $см^3$ пробы, прибавляют 4—5 капель соляной кислоты (1:3) и 1 $см^3$ 5 %-ного раствора хлористого бария. Если муть моментально не образуется, пробу можно прокипятить в течение 5 мин.

По характеру выделяющейся мути и осадка ориентировочно определяют содержание сульфатов и соответствующие объемы аликвот на анализ по таблице В.1.

Таблица В.1

Визуальное количество мути и осадка	Объем аликвот на анализ, $см^3$
Появление осадка после кипячения	100—200
Появление слабой мути моментально	50
Сильная муть	20—50
Сильная быстро оседающая в белый осадок муть	1—20

В.2 Приготовление соляной кислоты (1:3)

50 $см^3$ концентрированной соляной кислоты приливают к 150 $см^3$ дистиллированной воды.

Приложение Г
(справочное)

Формулы для расчета нормативов контроля погрешности результатов количественного химического анализа

Г.1 $\Delta = 1{,}96 \cdot \sigma_к$ (при доверительной вероятности $P = 95$ %); (Г.1)

Г.2 $d_2 = 2{,}77 \cdot \sigma_к$ (при доверительной вероятности $P = 95$ %); (Г.2)

Г.3 $d_3 = 3{,}31 \cdot \sigma_к$ (при доверительной вероятности $P = 95$ %); (Г.3)

Г.4 $D = 2{,}77 \cdot \sigma_к$ (при доверительной вероятности $P = 95$ %), (Г.4)

где $\sigma_к$ — значение среднеквадратичного отклонения случайной составляющей погрешности результатов количественного химического анализа.

Библиография

[1] РД 52.18.595—96 Федеральный перечень методик выполнения измерений, допущенных к применению при выполнении работ в области мониторинга объектов природной среды

[2] ПНД Ф 16.1:2:2.2:2.3.74-2012 (М 03-08-2011) Методика измерений массовой доли водорастворимых форм катионов аммония, калия, натрия, магния, кальция в почвах, грунтах, глине, торфе, осадках сточных вод, донных отложениях, методом капиллярного электрофореза с использованием системы капиллярного электрофореза «Капель»

[3] ПНД Ф 16.1:2:2.3:2.2.69-10 Методика измерений массовой доли водорастворимых форм хлорид-, сульфат-, оксалат-, нитрат-, фторид-, формиат-, фосфат-, ацетат-ионов в почвах, грунтах тепличных, глинах, торфе, осадках сточных вод, активном иле, донных отложениях методом капиллярного электрофореза с использованием системы капиллярного электрофореза «Капель»

УДК 624.131:006.354 ОКС 93.020

Ключевые слова: грунт, засоленность, методы лабораторного определения

Редактор *Л.С. Зимилова*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *М.И. Першина*
Компьютерная верстка *Е.А. Кондрашовой*

Сдано в набор 31.05.2021. Подписано в печать 03.06.2021. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 3,26. Уч.-изд. л. 2,77.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru