ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 71041— 2023

ГРУНТЫ

Количественный химический анализ солянокислых и щелочных вытяжек

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2023

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

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

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 465 «Строительство»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 27 октября 2023 г. № 1266-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 органа исполнительной власти в сфере стандартизации в сети Интернет (*gost.e-ecolog.ru

© Оформление. ФГБУ «Институт стандартизации», 2023

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 2
5 Требования к квалификации операторов 3
6 Оборудование и материалы 3
7 Подготовка к анализу 4
8 Количественный химический анализ солянокислой вытяжки 7
9 Количественный химический анализ щелочной вытяжки 9
10 Контроль точности результатов 10
Приложение А (рекомендуемое) Способ очистки фильтров из фильтровальной бумаги от минеральных примесей 12
Приложение Б (справочное) Формулы для расчета нормативов контроля погрешности результатов количественного химического анализа 13
Библиография 14

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГРУНТЫ

Количественный химический анализ солянокислых и щелочных вытяжек

Soils. Chemical analysis of hydrochloric acid and alkaline extracts from soils

Дата введения — 2023—11—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на дисперсные грунты, мерзлые дисперсные грунты, скальные грунты и аналогичные им техногенные грунты и устанавливает количественные химические методы определения состава солянокислых и щелочных вытяжек при проведении инженерных изысканий.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 177 Водорода перекись. Технические условия

ГОСТ 1277 Реактивы. Серебро азотнокислое. Технические условия

ГОСТ 1381 Уротропин технический. Технические условия

ГОСТ 1770 (ИСО 1042-83, ИСО 4788-82) 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 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 4328 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4461 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 4478 Реактивы. Кислота сульфосалициловая 2-водная. Технические условия

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

ГОСТ 5456 Реактивы. Гидроксиламина гидрохлорид. Технические условия

ГОСТ 6651 Государственная система обеспечения единства измерений. Термопреобразователи сопротивления из платины, меди и никеля. Общие технические требования и методы испытаний

ГОСТ 6672 Стекла покровные для микропрепаратов. Технические условия

ГОСТ 6755 Поглотитель химический известковый ХП-И. Технические условия

ГОСТ 9147 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 11293. Желатин. Технические условия

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

ГОСТ 24363 Реактивы. Калия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 25100 Грунты. Классификация

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

Издание официальное

ГОСТ 28498 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний

ГОСТ 29169 (ИСО 648-77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ 29227 (ИСО 835-1-81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. 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 58144 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ Р 53228 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

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 **средняя проба:** Объединенная проба грунта, составленная путем смешивания пяти точечных проб, отобранных из одного образца.

3.2 **постоянная масса:** Масса пробы, которая при двух последовательных взвешиваниях после сушки с интервалом не менее одного часа различается не более чем на 0,1 %; если при повторном взвешивании грунта, содержащего органические вещества, наблюдается увеличение массы, то за результат взвешивания принимают наименьшую массу.

4 Общие положения

4.1 Сущность метода заключается в извлечении средне- и труднорастворимых солей (карбонатов и сульфатов кальция и магния, оксидов железа и алюминия, а также аморфной кремнекислоты) посредством растворов соляной кислоты и гидроксида калия с последующим определением их содержания.

4.2 Отбор образцов грунта проводят по ГОСТ 12071.

4.3 При проведении анализов необходимо соблюдать условия для помещений в соответствии с требованиями ГОСТ 30416.

4.4 Предварительно перед проведением анализа определяют гигроскопическую влажность грунта.

4.5 Классификационные наименования грунтов по содержанию среднерастворимых солей приведены в ГОСТ 25100.

4.6 Щелочные и солянокислые вытяжки из грунтов выполняют для средней пробы грунта в абсолютно сухом состоянии.

Масса средней пробы грунта должна быть не менее 100 г.

4.7 Высушивание грунта проводят до постоянной массы.

Примечание — Во многих случаях постоянная масса может быть достигнута после выдерживания образца в течение заранее установленного периода в сушильном шкафу при температуре (105 ± 5) °С или (80 ± 5) °С в зависимости от содержания сульфата кальция в грунте (для загипсованных грунтов температура составляет (80 ± 5) °С). Испытательные лаборатории устанавливают время, необходимое для достижения постоянной массы

образцов конкретных типов и объемов, в зависимости от конструктивных особенностей применяемого сушильного шкафа.

4.8 Для проведения анализа необходимо пробу грунта в воздушно-сухом состоянии подготовить путем растирания в фарфоровой ступке фарфоровым пестиком до размера агрегатов 0,25 или 1,0 мм.

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

4.10 За результат анализа принимают результат единичного определения.

4.11 Результаты анализов выражают в процентном содержании оксидов элементов с округлением до трех значащих цифр.

4.12 Для карбонатных пород и карбонатсодержащих дисперсных грунтов допускается анализ солянокислой вытяжки выполнять по сокращенной схеме с определением оксидов кальция и магния и нерастворимого остатка.

4.13 При проведении анализов необходимо соблюдать требования безопасности при производстве лабораторных работ, а также работ с электроустановками, отвечающие действующим нормам и правилам.

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

4.15 Растворы хранят в стеклянной посуде с пришлифованными пробками или навинчивающимися крышками, или в полиэтиленовых флаконах с навинчивающимися крышками при температуре 15 °С — 25 °С, если условия хранения не оговорены отдельно в паспорте на реактив или раствор.

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

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

4.18 Массу прокаленного остатка, г, определяют путем вычитания из массы тигля с прокаленным остатком, г, массы тигля, г, и массы фильтра, г, на котором он осаждался.

4.19 Допускается количественное определение содержания оксидов элементов другими, не указанными в настоящем стандарте, аттестованными МВИ (пламенной атомно-абсорбционной спектрометрией, атомно-эмиссионной спектрометрией с индуктивно связанной плазмой, масс-спектрометрией с индуктивно связанной плазмой) в соответствии с действующими нормативными документами, допущенными для применения на территории Российской Федерации [1].

5 Требования к квалификации операторов

К выполнению анализов допускаются специалисты с профильным высшим или средним специальным образованием и опытом работы в химической лаборатории.

6 Оборудование и материалы

6.1 При проведении испытания применяют следующие средства измерений, испытательное оборудование, вспомогательные устройства и реактивы:

- весы лабораторные 2-го класса точности по ГОСТ Р 53228 или ГОСТ OIML R 76-1 с дискретностью взвешивания 0,01 г и 0,0001 г;
- дозаторы с погрешностью дозирования не более 1 % или пипетки 2-го класса точности по ГОСТ 29169 и ГОСТ 29227;
- термометр с диапазоном измерения 0 °С —100 °С и погрешностью не менее 0,5 °С по ГОСТ 28498 или ГОСТ 6651;
- сито с ячейками размером 0,25 мм и 1,0 мм;
- посуда мерная лабораторная 2-го класса точности по ГОСТ 1770;
- печь муфельная, обеспечивающая температуру нагрева до 1000 °С;
- баня водяная;
- электроплитка или песчаная баня;
- воронки стеклянные по ГОСТ 25336;

- эксикатор с прокаленным хлористым кальцием или силикагелем по ГОСТ 3956;
- стаканы химические вместимостью 100, 150 и 250 $см^3$ по ГОСТ 25336;
- чашки фарфоровые;
- тигли фарфоровые;
- стекла покровные по ГОСТ 6672 или часовые по ГОСТ 25336;
- палочки стеклянные;
- ступка с пестиком по ГОСТ 9147;
- дробилка лабораторная;
- колбы конические вместимостью 250 $см^3$ по ГОСТ 25336;
- стакан фарфоровый 250 $см^3$ по ГОСТ 9147;
- аммиак водный 25 %-ный по ГОСТ 3760, х.ч. или ч.д.а.;
- аммоний хлористый по ГОСТ 3773, х.ч. или ч.д.а.;
- барий хлористый 2-водный по ГОСТ 4108, х.ч. или ч.д.а.;
- вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144;
- водорода перекись по ГОСТ 177, х.ч. или ч.д.а.;
- гидроксиламин солянокислый по ГОСТ 5456, х.ч. или ч.д.а.;
- желатин по ГОСТ 11293, х.ч. или ч.д.а.;
- калия гидроокись по ГОСТ 24363 или стандарт-титр с c = 0,1 Н;
- кислота азотная по ГОСТ 4461, х.ч. или ч.д.а.;
- кислота соляная, стандарт-титр c (HCL) = 0,1 моль/$дм^3$ (0,1 Н);
- кислота соляная по ГОСТ 3118, х.ч. или ч.д.а.;
- кислота соляная по ГОСТ 3118, х.ч. или ч.д.а., разбавленная дистиллированной водой в отношении 1:1;
- кислота серная по ГОСТ 4204, х.ч. или ч.д.а., раствор с массовой долей 10 %;
- метиловый красный, индикатор, ч.д.а., раствор, приготовленный по ГОСТ 4919.1;
- натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х.ч. или ч.д.а.;
- натрий сернистый по ГОСТ 2053, х.ч. или ч.д.а.;
- пикриновая кислота;
- поглотитель химический известковый ХП-И (натронная известь) по ГОСТ 6755;
- серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, х.ч. или ч.д.а. или стандарт-титр, 0,1 моль/$дм^3$ (0,1 Н);
- сульфосалициловая кислота по ГОСТ 4478, х.ч. или ч.д.а.;
- трилон Б х.ч. или ч.д.а. или стандарт-титр с c = 0,1 Н;
- универсальная лакмусовая (индикаторная) бумага;
- уротропин по ГОСТ 1381, х.ч. или ч.д.а.;
- флуорексон по ГОСТ 4919.1;
- фильтры обеззоленные «синяя лента» диаметром 9—11 см;
- фильтры обеззоленные «белая лента»;
- эриохром черный Т по ГОСТ 4919.1.

6.2 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.

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

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

7 Подготовка к анализу

7.1 Пробоподготовка грунта

Пробу грунта, отобранную по ГОСТ 12071, высушивают, растирают и просеивают через сито 0,25 мм для приготовления солянокислой вытяжки по 7.3, и сито 1,0 мм для приготовления щелочной вытяжки по 7.4. Определяют гигроскопическую влажность высушиванием до постоянной массы.

7.2 Приготовление 0,2 Н раствора соляной кислоты

16,4 $см^3$ концентрированной HCl (плотностью 1,19 $г/см^3$) приливают к 500 $см^3$ дистиллированной воды, находящейся в мерной колбе на 1000 $см^3$, и доводят раствор до 1000 $см^3$ дистиллированной водой или разбивают две ампулы 0,1 Н стандарт-титра соляной кислоты в колбу на 1000 $см^3$ и доводят раствор до метки дистиллированной водой.

7.3 Приготовление солянокислой вытяжки

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 250 $см^3$, смачивают дистиллированной водой и обрабатывают соляной кислотой концентрации 1:1 до прекращения интенсивного выделения пузырьков углекислого газа. Массу навески выбирают исходя из ожидаемого количества сульфатов (гипса) в грунте. В грунтах с высоким содержанием сульфатов (гипса) навеска должна составлять 0,2—1 г, с незначительным — 1—5 г. Затем навеску заливают 0,2 Н раствором HCl в соотношении грунта к кислоте 1:50. Суспензию тщательно перемешивают взбалтыванием и оставляют стоять в течение 24 ч. Затем суспензию, не перемешивая, профильтровывают через бумажный фильтр «синяя лента», предварительно подготовленный обработкой1 %-ным раствором HCl (приложение А), в мерную колбу емкостью 250 $см^3$ (количество используемых фильтров для фильтрования с целью получения прозрачного фильтрата определяет исполнитель). Остаток на фильтре отмывают 0,2 Н раствором HCl небольшими порциями до отрицательной реакции на кальций (см. приложение А) и сульфат-ион. Для этого к 5 $см^3$ фильтрата приливают 2—3 капли соляной кислоты концентрации 1:1 и 1 $см^3$ 10 %-ного раствора $BaCl_2$, кипятят в течение 5 мин. В присутствии сульфат-ионов образуется белая муть и/или осадок, если белая муть и/или осадок образуется сразу, то кипячение допускается не проводить. Остаток на фильтре отмывают до прекращения образования мути в качественной пробе. Фильтрат в мерной колбе доводят дистиллированной водой до метки. Если отмывка от кальция и сульфатов не завершилась по достижении риски в 250 $см^3$, то фильтрат после отмывки переливают в термостойкий мерный стакан, выпаривают до 100—150 $см^3$ в термостойком мерном стакане, количественно переносят в ту же мерную колбу, в которой собирали фильтрат после отмывки от кальция и сульфатов, и доводят объем дистиллированной водой до 250 $см^3$.

Полученный фильтрат используют для дальнейших определений, осадок на фильтре используют для расчета содержания нерастворимого остатка.

7.4 Приготовление щелочной вытяжки

5 г 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 250 $см^3$. Заливают навеску 5 %-ным раствором KOH в соотношении грунта к щелочи 1:20, закрывают покровным или часовым стеклом, ставят на водяную баню и нагревают в течение 30 мин с момента, когда температура раствора достигнет 92 °С — 96 °С. Раствор перемешивают через каждые 10 мин.

7.5 Приготовление 0,1 Н раствора соляной кислоты

8,2 $см^3$ концентрированной HCl (плотностью 1,19 $г/см^3$) приливают к 500 $см^3$ дистиллированной воды, находящейся в мерной колбе на 1000 $см^3$, и доводят раствор до 1000 $см^3$ дистиллированной водой или разбивают ампулу 0,1 Н стандарт-титра соляной кислоты в колбу на 1000 $см^3$ и доводят раствор до метки дистиллированной водой.

7.6 Приготовление 0,05 Н раствора трилона Б

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

7.7 Приготовление буферного раствора

10,0 г хлорида аммония растворяют в мерной колбе вместимостью 500 $см^3$ в 100 $см^3$ дистиллированной воды и добавляют 50 $см^3$ 25 %-ного водного аммиака. Объем раствора доводят до метки в колбе дистиллированной водой и тщательно перемешивают.

7.8 Приготовление водного раствора сульфида натрия

2 г сульфида натрия растворяют в 50 $см^3$ дистиллированной воды.

7.9 Приготовление 1 %-ного водного раствора гидроксиламина солянокислого

1 г солянокислого гидроксиламина растворяют в 99 $см^3$ дистиллированной воды.

7.10 Приготовление 20 %-ного раствора гидроксида натрия

20 г NaOH растворяют в 80 $см^3$ дистиллированной воды. Растворение выполняют в фарфоровом стакане.

7.11 Приготовление 5 %-ного раствора гидроксида калия

5 г KOH быстро обмывают дистиллированной водой без CO_2, приготовленной по 7.20, чтобы освободить KOH от K_2CO_3, и растворяют в 95 $см^3$ дистиллированной воды.

7.12 Приготовление 0,5 %-ного раствора гидроксида калия

0,5 г KOH растворяют в 99,5 $см^3$ дистиллированной воды.

7.13 Приготовление 10 %-ного раствора бария хлористого

12 г бария хлористого дигидрата растворяют в 90 $см^3$ дистиллированной воды.

7.14 Приготовление 20 %-ного раствора сульфосалициловой кислоты

20 г сульфосалициловой кислоты растворяют в 80 $см^3$ дистиллированной воды.

7.15 Приготовление 1 %-ного раствора желатина

1 г желатина заливают 10 $см^3$ дистиллированной воды и оставляют стоять на 30—40 мин, затем добавляют оставшиеся 89 $см^3$ дистиллированной воды и нагревают при перемешивании на водяной бане до 40 °С — 60 °С до полного растворения.

7.16 Приготовление 1 %-ного раствора соляной кислоты

22,6 $см^3$ концентрированной HCl приливают к 500 $см^3$ дистиллированной воды, находящейся в мерной колбе на 1000 $см^3$, и доводят раствор до 1000 $см^3$ дистиллированной водой.

7.17 Приготовление 15 %-ного раствора уротропина

15 г уротропина растворяют в 85 $см^3$ дистиллированной воды.

7.18 Приготовление 1 %-ного раствора уротропина

1 г уротропина растворяют в 99 $см^3$ дистиллированной воды.

7.19 Приготовление раствора азотнокислого серебра концентрации 0,02 Н

Навеску 3,4 г азотнокислого серебра взвешивают с погрешностью не более 0,1 г, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$ и растворяют в дистиллированной воде, доведя объем до метки.

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

7.20 Приготовление воды, очищенной от диоксида углерода

Дистиллированную воду по ГОСТ Р 58144 кипятят 15—20 мин, быстро охлаждают до комнатной температуры и хранят в стеклянной емкости закрытой хлоркальциевой трубкой, заполненной натронной известью, не более 1 мес.

8 Количественный химический анализ солянокислой вытяжки

8.1 Определение содержания нерастворимого остатка

8.1.1 Фильтр с остатком, полученный по 7.3, высушивают на воздухе и прокаливают в муфельной печи при температуре (525 ± 25) °С в течение 60 мин.

8.1.2 Полученный прокаленный остаток остужают в эксикаторе и взвешивают на аналитических весах с точностью до 0,001 г.

8.1.3 Результаты взвешивания записывают в журнал.

8.1.4 Содержание нерастворимого остатка, в %, рассчитывают по формуле

$$A = \frac{m_2 \cdot 100}{m_1}, \quad (8.1)$$

где m_2 — масса прокаленного остатка (с учетом 4.18), г;

m_1 — масса навески абсолютно сухого грунта, г.

8.2 Определение содержания ионов кальция и магния

8.2.1 100 см^3 фильтрата, полученного по 7.3, переносят в стакан емкостью 150 см^3, добавляют 2—3 капли перекиси водорода и выпаривают до уменьшения объема раствора в два раза.

8.2.2 К раствору добавляют индикатор метиловый красный (метилрот) и осаждают трехвалентные оксиды 25 %-ным раствором аммиака до перехода окраски в желтую или до помутнения раствора.

8.2.3 Устраняют помутнение раствора, добавляя по каплям соляную кислоту в концентрации 1:1. Затем добавляют 15 см^3 15 %-ного раствора уротропина и нагревают до 80 °С. Горячий раствор переносят на фильтр, промывают 3—4 раза 1 %-ным раствором уротропина в мерную колбу вместимостью 200 см^3, доливают до метки дистиллированной водой.

Полученный раствор используют для определения кальция, магния и сульфатов, осадок на фильтре используют для расчета трехвалентных катионов.

8.2.4 В две конические колбы вместимостью 250 см^3 отмеряют пипеткой по 20—25 см^3 раствора, полученного по 8.2.1—8.2.3, объем доводят до 100 см^3 дистиллированной водой. В первую колбу к взятому на анализ объему воды прибавляют 5 см^3 буферного раствора (pH = 10) 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 %-ного раствора гидроксида натрия и 0,1 г индикатора флуорексона.

Растворы перемешивают и медленно титруют 0,05 Н раствором 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. Рекомендуется проводить титрование с применением «свидетеля» — пробы сравнения, оттитрованной вхолостую, до цвета которой и следует титровать анализируемую пробу. При малом содержании оксидов кальция и магния рекомендуется титровать 0,02 Н раствором трилона Б.

8.2.5 Результаты определений записывают в журнал.

8.2.6 Содержание CaO, %, рассчитывают по формуле

$$CaO = \frac{a \cdot n \cdot V_0 \cdot V_2 \cdot 100 \cdot 0{,}028}{V_1 \cdot V_3 \cdot m_1}, \quad (8.2)$$

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

n — нормальность раствора трилона Б;

V_0 — объем приготовленного фильтрата, см^3 (по 7.3, 250 см^3);

V_1 — объем фильтрата, взятого для освобождения от трехвалентных оксидов, см^3 (по 8.2.1, 100 см^3);

V_2 — объем раствора, полученного по 8.2.3, после освобождения от трехвалентных оксидов и добавления воды (по 8.2.3, 200 см^3);

V_3 — объем раствора, взятого на титрование кальция (по 8.2.4, 20—25 см^3);

m_1 — масса навески абсолютно сухого грунта, г;

0,028 — граммовое значение мг-экв CaO.

8.2.7 Содержание MgO, %, рассчитывают по формуле

$$MgO = \frac{a_1 \cdot n \cdot V_0 \cdot V_2 \cdot 100 \cdot 0{,}020}{V_1 \cdot V_3 \cdot m_1}, \quad (8.3)$$

где a_1 — разность между количеством трилона Б, израсходованного на титрование в присутствии эриохрома Т, и количеством трилона Б, израсходованного на титрование в присутствии флуорексона, $см^3$;

n — нормальность раствора трилона Б;

V_0 — объем приготовленного фильтрата, $см^3$ (по 7.3, 250 $см^3$);

V_1 — объем фильтрата, взятого для освобождения от трехвалентных оксидов, $см^3$ (по 8.1.2.1, 100 $см^3$);

V_2 — объем раствора, полученного по 8.2.3, после освобождения от трехвалентных оксидов и добавления воды (по 8.2.3, 200 $см^3$);

V_3 — объем раствора, взятого на титрование кальция (по 8.2.4, 20—25 $см^3$);

m_1 — масса навески абсолютно сухого грунта, г;

0,020 — граммовое значение мг-экв MgO.

8.3 Определение содержания железа и алюминия

8.3.1 25 $см^3$ фильтрата, приготовленного по 7.3, переносят в градуированную коническую колбу на 250 $см^3$, добавляют 1 $см^3$ концентрированной азотной кислоты, нагревают раствор до кипения и по каплям добавляют аммиак до начала выпадения гидроксидов железа и алюминия в осадок.

8.3.2 Доводят раствор до значения pH=1 0,1 Н раствором соляной кислоты (ориентировочно, 10 $см^3$, значение pH проверяют универсальной лакмусовой бумагой) и перемешивают до полного растворения образовавшегося осадка, доливают до 100 $см^3$ дистиллированной водой, нагревают до 60 °С — 70 °С, прибавляют 3 капли 20 %-ного раствора сульфосалициловой кислоты и титруют 0,05 Н раствором трилона Б до перехода красно-фиолетовой окраски в лимонно-желтую.

8.3.3 Результаты определения записывают в журнал.

8.3.4 Содержание Fe_2O_3, %, рассчитывают по формуле

$$Fe_2O_3 = \frac{a_2 \cdot n \cdot V_0 \cdot 100 \cdot 0{,}03992}{V_4 \cdot m_1}, \quad (8.4)$$

где a_2 — количество трилона Б, израсходованного на титрование в присутствии 20 %-ного раствора сульфосалициловой кислоты, $см^3$;

n — нормальность раствора трилона Б;

V_0 — объем приготовленного фильтрата, $см^3$ (по 7.3, 250 $см^3$);

V_4 — объем раствора, взятого на титрование железа (по 8.3.1, 25 $см^3$);

m_1 — масса навески абсолютно сухого грунта, г;

0,03992 — граммовое значение мг-экв Fe_2O_3.

8.3.5 Фильтр с осадком, полученным при освобождении фильтрата от трехвалентных оксидов по 8.2.3, подсушивают на воздухе, переносят в тигель и прокаливают в муфеле при температуре (900 ± 25) °С в течение 60 мин.

8.3.6 Полученный прокаленный остаток остужают в эксикаторе и взвешивают на аналитических весах с точностью до 0,001 г.

8.3.7 Результаты взвешивания записывают в журнал.

8.3.8 Суммарное содержание трехвалентных оксидов, %, рассчитывают по формуле

$$B = \frac{m_2 \cdot V_0 \cdot 100}{m_1 \cdot V_1}, \quad (8.5)$$

где m_2 — масса прокаленного остатка на фильтре (с учетом 4.18), г;

m_1 — масса навески абсолютно сухого грунта, г;

V_0 — объем приготовленного фильтрата, см^3 (по 7.3, 250 см^3);

V_1 — объем фильтрата, взятого для освобождения от трехвалентных оксидов, см^3 (по 8.2.1, 100 см^3).

8.3.9 Содержание оксида алюминия, %, рассчитывают по формуле

$$Al_2O_3 = B - Fe_2O_3. \quad (8.6)$$

8.4 Определение содержания сульфатов

8.4.1 Готовят 100 см^3 раствора в соответствии с 8.2.1—8.2.3.

8.4.2 Добавляют к приготовленному раствору 2—3 капли соляной кислоты концентрации 1:1, добавляют индикатор — метиловый красный (метилрот), упаривают на водяной бане до 40 см^3, приливают две капли пикриновой кислоты и 5 см^3 горячего 10 %-ного раствора хлористого бария.

8.4.3 Полученный раствор оставляют на 2 ч, профильтровывают через фильтр «синяя лента» и осадок промывают до отрицательной реакции на хлор.

8.4.4 Фильтр с осадком переносят в предварительно взвешенный тигель и прокаливают в муфельной печи в течение 60 мин при температуре от 700 °С до 750 °С.

8.4.5 Полученный прокаленный остаток остужают в эксикаторе и взвешивают на аналитических весах с точностью до 0,001 г.

8.4.6 Результаты взвешивания записывают в журнал.

8.4.7 Содержание сульфатов, %, рассчитывают по формуле

$$SO_3 = \frac{m_2 \cdot V_0 \cdot 100 \cdot 0{,}343}{m_1 \cdot V_1}, \quad (8.7)$$

где m_2 — масса прокаленного остатка на фильтре (с учетом 4.18), г;

m_1 — масса навески абсолютно сухого грунта, г;

V_0 — объем приготовленного фильтрата, см^3 (по 7.3, 250 см^3);

V_1 — объем фильтрата, взятого для освобождения от трехвалентных оксидов, см^3 (по 8.2.1, 100 см^3);

0,343 — коэффициент пересчета $BaSO_4$ в SO_3.

9 Количественный химический анализ щелочной вытяжки

9.1 Проведение анализа

9.1.1 Горячий раствор, полученный по 7.4, фильтруют через фильтр «синяя лента» диаметром 9 — 11 см в колбу вместимостью 250 см^3, взмутив предварительно раствор, стакан с осадком вновь ставят на водяную баню.

Первые порции фильтрата фильтруют вновь, отфильтрованную жидкость переносят в фарфоровую чашку диаметром 12 см и ставят на водяную баню для выпаривания.

9.1.2 Осадок на фильтре 10—12 раз промывают горячим 0,5 %-ным раствором КОН до получения бесцветного фильтрата, фильтрат доливают в фарфоровую чашку и выпаривают досуха.

9.1.3 Добавляют в чашку 20 см^3 концентрированной соляной кислоты и опять выпаривают досуха, затем добавляют 10 см^3 концентрированной азотной кислоты и опять выпаривают досуха.

9.1.4 Сухой остаток в чашке 2—3 раза обрабатывают 30 %-ным раствором перекиси водорода, осадок смачивают 2—3 раза концентрированной соляной кислотой, каждый раз высушивая содержимое чашки (в последний раз до отсутствия запаха HCl).

9.1.5 К осадку добавляют 5 см^3 свежеприготовленного 1 %-ного раствора желатина, в течение 2—3 мин тщательно растирают пестиком, вращая его в одном и том же направлении, добавляют 25 см^3 горячей дистиллированной воды, выдерживают в течение 5 мин на горячей бане и профильтровывают

через фильтр «белая лента» в стакан вместимостью 150 см^3, промывают осадок 1 %-ным раствором соляной кислоты и два раза горячей дистиллированной водой.

Полученный фильтрат используют для определения оксида алюминия, осадок на фильтре используют для расчета содержания аморфной кремнекислоты.

9.1.6 Фильтр с осадком подсушивают на воздухе, переносят в заранее взвешенный тигель, озоляют, прокаливают и взвешивают на аналитических весах с точностью до 0,001 г.

9.1.7 Результаты записывают в журнал.

9.2 Обработка результатов

9.2.1 Содержание аморфной кремниевой кислоты, %, вычисляют по формуле

$$SiO_2 = \frac{(m_2 - m_3)\cdot 100}{m_1}, \quad (9.1)$$

m_2 — масса прокаленного остатка (с учетом 4.18);

m_3 — масса прокаленного остатка «холостого» опыта, г;

m_1 — масса навески абсолютно сухого грунта, г.

9.2.2 Рассчитывают содержание свободной (не связанной с оксидом алюминия) кремнекислоты, для чего определяют эквивалентное содержание SiO_2 – m и Al_2O_3 – n по формулам:

$$m = \frac{SiO_2\%}{120}; \quad (9.2)$$

$$n = \frac{Al_2O_3\%}{102}, \quad (9.3)$$

где 120 — удвоенный молекулярный вес SiO_2,

102 — молекулярный вес Al_2O_3.

Если $m = n$, то SiO_2 и Al_2O_3 находятся в равновесии в виде $2SiO_2 \cdot Al_2O_3$, следовательно, в грунте нет свободных кремнекислоты и оксида алюминия.

Если $m > n$, то количество связанных SiO_2 и Al_2O_3 равно $(2n \cdot 111)$, а количество свободной кремнекислоты, %

$$SiO_2 \text{ своб.} = (m - n) \cdot 120. \quad (9.4)$$

Если $m < n$, то свободная кремнекислота отсутствует, в грунте содержится свободная окись алюминия, %

$$Al_2O_3 \text{ своб.} = (n - m) \cdot 102. \quad (9.5)$$

10 Контроль точности результатов

10.1 Вычисление погрешности результатов при выборочном статистическом контроле

Систематическая погрешность результатов испытаний (при доверительной вероятности P = 95 %) не должна превышать предела Δ, рассчитанного по формуле (Б.1), 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 %) значение d_2 (d_3), приведенное в приложении Б. Расхождение между результатами трех параллельных испытаний — 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 при-

знают 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 (Б.4).

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

10.2 Проверка точности результатов анализа солянокислой вытяжки

Проверка точности результатов количественного химического анализа солянокислой вытяжки состоит в сопоставлении полученной суммы содержания компонентов и 100 %. Сумма компонентов должна составлять 100 % с отклонением не более 2 %.

Приложение А
(рекомендуемое)

Способ очистки фильтров из фильтровальной бумаги от минеральных примесей

Фильтры из фильтровальной бумаги обрабатывают 1 %-ным раствором HCl до отрицательной качественной реакции на Ca^{2+}. Для этого к 5 $см^3$ фильтрата приливают 1 $см^3$ 20 %-ного раствора гидроксида натрия и добавляют 0,1 г флуорексона. В присутствии Ca^{2+} раствор окрашивается в желтовато-зеленый флуоресцирующий цвет. В отсутствие Ca^{2+} раствор окрашивается в оранжево-розовый цвет.

Затем фильтры промывают дистиллированной водой от Cl^- до отрицательной качественной реакции с раствором $AgNO_3$. Для этого к 5 $см^3$ фильтрата, подкисленного азотной кислотой, приливают несколько капель 0,02 Н раствора азотнокислого серебра, перемешивают взбалтыванием. В присутствии Cl^- выпадает осадок. Фильтры промывают дистиллированной водой до прекращения образования осадка в качественной пробе.

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

Приложение Б
(справочное)

Формулы для расчета нормативов контроля погрешности результатов количественного химического анализа

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

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

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

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

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 загрязнения окружающей природной среды

УДК 624.131:006.354 ОКС 93.020

Ключевые слова: грунт, солянокислая вытяжка, щелочная вытяжка, карбонаты, сульфаты, кальций, магний, оксиды железа, оксиды алюминия, аморфная кремниевая кислота

Редактор *В.Н. Шмельков*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *О.В. Лазарева*
Компьютерная верстка *И.Ю. Литовкиной*

Сдано в набор 31.10.2023. Подписано в печать 08.11.2023. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,32. Уч-изд. л. 1,86.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении в ФГБУ «Институт стандартизации»
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