ГСТУз 750-96

СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ УЗБЕКИСТАН

ГРУНТЫ. Методы лабораторного определения содержания органических веществ

Издание официальное

Государственный комитет Республики Узбекистан по архитектуре и строительству

Ташкент

РСТ Уз 750-96

ПРЕДИСЛОВИЕ

1 РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Научно-исследовательским, проектно-технологическим институтом оснований, фундаментов и подземных сооружений /ЗПЛИТИ/ Государственного комитета Республики Узбекистан по архитектуре и строительству.

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ приказом Государственного комитета Республики Узбекистан по архитектуре и строительству от 1996 11.04 № 101.

3 С ВВОДОМ В ДЕЙСТВИЕ Настоящего стандарта утрачивает силу ГОСТ 23740 - 79 на территории Республики Узбекистан

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Госкомархитектстроя Республики Узбекистан.

Содержание

1 Область применения 33
2 Нормативные ссылки 33
3 Определения 34
4 Общие положения 34
5 Метод определения растительных остатков 35
6 Оксидометрический метод 36
7 Метод сухого сжигания 39
Приложение А Журнал определения органических веществ в грунте 45
Приложение Б Проверка чистоты выделения растительных остатков в грунте 47
Приложение В Приготовление растворов для определения содержания органических веществ в грунте окислением двухромовокислым калием 49
Приложение Г Приготовление растворов для определения содержания углерода органических соединений в грунте сухим сжиганием 51
Приложение Д Поправки на атмосферное давление и температуру к газометрическому определению углерода 52

РСТ Уз 750-96

СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ УЗБЕКИСТАН

ГРУНТЛАР.Органик моддалар миқдорини лаборатория шароитида аниқлаш усуллари
ГРУНТЫ. Методы лабораторного определения содержания органических веществ
SOILS. Metods of laboratory determination of organic composition

Дата введения 1996..12..01
~~2001. 12. 01~~
до 01.01.2009

1 Область применения.

Настоящий стандарт распространяется на песчаные и глинистые грунты и устанавливает методы лабораторного определения содержания органических веществ при исследовании этих грунтов для строительства на территории Республики Узбекистан.

2 Нормативные ссылки.

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

РСТ Уз 682-96 Грунты. Отбор, упаковка, транспортирование и хранение образцов.

ГОСТ 5180-84 Грунты. Метод лабораторного определения физических характеристик.

ГОСТ 1770-74 (СТ СЭВ 1247-78, СТ СЭВ 4021-83, СТ СЭВ 1977-85) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры , мензурки, колбы, пробирки. ТУ.

ГОСТ 2652-78Е Калий бихромат технический. ТУ.

ГОСТ 20490-75 Калий марганцовокислый. ТУ.

ГОСТ 4460-77 Кальций хлористый безводный. ТУ.

ГОСТ 4461-77 (СТ СЭВ 3855-82) Кислота азотная. ТУ.

ГОСТ 4204-77 (СТ СЭВ 3856-82) Кислота серная. ТУ.

ГОСТ 83-73 Натрий углекислый. ТУ.

ГОСТ 1277-75 Серебро азотнокислое. ТУ.

ГОСТ 4208-72 Соль закись железа и аммония двойная серно-кислая (соль Мора). ТУ.

ГОСТ 7995-80Е Краны соединительные стеклянные. ТУ.

ГОСТ 9147-80Е Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. ТУ.

ГОСТ 3776-78Е Хрома (VI) оксид. ТУ.

ГОСТ 5583-78 Кислород газообразный технический и медицинский. ТУ.

ГОСТ 3118-77 Кислота соляная. ТУ.

ГОСТ 4328-77 Натрий гидроокись. ТУ.

ГОСТ 24104-88 Весы. ТУ.

ГОСТ 7328-82 Меры массы. ТУ.

ГОСТ 1770-74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. ТУ.

ГОСТ 9147-80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. ТУ.

ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная. ТУ.

ГОСТ 17622-72 Стекло органическое техническое. ТУ.

ГОСТ 13861-89 Редукторы для газопламенной обработка. Общие ТУ.

ГОСТ 11784-74 Гладилки прямоугольные отделочные. Конст-ции и размеры.

ГОСТ 7995-80 Краны соединительные стеклянные. ТУ.

ГОСТ 6613-86 Сетки проволочные тканые с квадратными ячейками. ТУ.

ГОСТ 25336-82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры, размеры.

ТУ 6.09.5077-87 Кальций хлористый 2-водный.

Издание официальное

Зарегистрировано 29.11.96
№ 587

РСТ Уз

СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ УЗБЕКИСТАН

ГРУНТЛАР.Органик моддалар миқдорини лаборатория шароитида аниқлаш усуллари

ГРУНТЫ. Методы лабораторного определения содержания органических веществ

Soils. Metods of laboratory determination of organic composition

Дата введения 199.....

1 Область применения.

Настоящий стандарт распространяется на песчаные и глинистые грунты и устанавливает методы лабораторного определения содержания органических веществ при исследовании этих грунтов для строительства на территории Республики Узбекистан.

2 Нормативные ссылки.

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

РСТ Уз 682-96 Грунты. Отбор, упаковка, транспортирование и хранение образцов.

ГОСТ 5180-84 Грунты. Метод лабораторного определения физических характеристик.

ГОСТ 1770-74 (СТ СЭВ 1247-78, СТ СЭВ 4021-83, СТ СЭВ 1977-85) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры , мензурки, колбы, пробирки, технические условия.

ГОСТ 2652-78Е Калий бихромат технический Технические условия.

ГОСТ 20490-75 Калий марганцовокислый. Технические условия.

ГОСТ 4460-77 Кальций хлористый безводный. Технические условия.

ГОСТ 4461-77 (СТ СЭВ 3855-82) Кислота азотная. Технические условия.

ГОСТ 4204-77 (СТ СЭВ 1856-82) Кислота серная. Технические условия.

ГОСТ 83-79 Натрий углекислый. Технические условия.

ГОСТ 1277-75 Серебро азотнокислое. Технические условия.

ГОСТ 4208-72 Соль закиси железа и аммония двойная серно-кислая (соль Мора). Технические условия.

ГОСТ 7995-80Е Краны соединительные стеклянные. Технические условия.

ГОСТ 9147-80Е Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия.

ГОСТ 3776-78Е Хрома (VI) оксид. Технические условия.

ГОСТ 3583-78 (ИСО 2046-73) Кислород газообразный технический и медицинский. Технические условия.

ГОСТ 3118-77 Кислота соляная. Технические условия.

ГОСТ 4328-77 Натрий гидроокись. Технические условия.

ГОСТ 24104-88 Весы. Технические условия.

ГОСТ 7328-82 Меры массы. Технические условия.

Издание официальное

3 Определения.

В настоящем стандарте применяют следующие термины с соответствующими определениями:

Органическое вещество — растительные остатки, находящиеся в грунте в виде не разложившихся механических включений, и продукты их разложения и преобразования - аморфные гумифицированные органические вещества.

Растительные остатки — не разложившиеся механические включения растений.

Гумус — сложный агрегат темноокрашенных аморфных продуктов преимущественно биохимического разложения отмерших остатков организмов.

Органический углерод — углерод, входящий в состав органических соединений.

Оксидометрический метод — определение содержания органического углерода методом окисления двухромовокислым калием.

Сильнокислая Среда — pH меньше 1.

Метод сухого сжигания — окисление углерода бескарбонатной навески в токе кислорода при температуре 950-1000°С до углекислого газа, учитываемого газообъемным методом с последующим пересчетом на углерод.

4 Общие положения

4.1 Для определения содержания органических веществ в грунте надлежит установить раздельно количество растительных остатков и гумуса.

4.2 Растительные остатки следует выделить из грунта сухим или мокрым способом, после чего определить их количество.

4.3 Для установления количества гумуса необходимо определить содержание углерода разложившихся органических веществ в грунте - органического углерода ($C_{орг}$).

Для определения органического углерода надлежит применять методы:

оксидометрический;

сухого сжигания.

4.4 Оксидометрический метод следует применять для определения органического углерода в песчаных и глинистых грунтах, содержащих менее 10 % гумуса, а в грунтах, содержащих хлориды,- после удаления последних.

Метод не допускается применять для определения органического углерода в песчаных и глинистых грунтах морского, лиманного,старичного, озерного и болотного происхождения.

4.5 Метод сухого сжигания в кислороде следует применять для определения органического углерода в грунтах морского, лиманного, старичного, озерного, болотного происхождения и в грунтах, содержащих более 10 % гумуса, после удаления карбонатов.

4.6 Содержание органического углерода в грунте надлежит определять в процентах сухого вещества пробы и пересчитывать на количественное содержание гумуса, применяя коэффициент 1,724.

4.7 Отбор и транспортирование образцов грунтов ненарушенного сложения надлежит выполнять по РСТ Уз 682.

4.8 Органические вещества следует определять для средней пробы грунта в воздушно-сухом состоянии.

Масса средней пробы грунта должен быть не менее 100 г.

4.9 Для проведения испытания необходимо пробу грунта воздушно-сухого состояния подготовить растиранием в фарфоровой ступке пестиком с резиновым наконечником: для определения и выделения растительных остатков - до размера агрегатов

3-5 мм; для определения органического углерода - до размера частиц менее 0,25 мм, а затем произвести пробу на хлориды и карбонатность.

4.10 Погрешность взвешивания проб должна быть не более 0,01 г, при определении количества растительных остатков и не более 0,0005 г при определении органического углерода.

4.11 Количество параллельных определений органических веществ должно быть не менее двух.

Погрешность результатов параллельных определений не должна превышать 2,5 % от средней определяемой величины. Если расхождение между результатами двух параллельных определений превышает 2,5 % , количество определений надлежит увеличить до трех и более.

За окончательный результат анализа следует принимать среднее арифметическое результатов параллельных определений.

4.12 Количество органических веществ следует определить с точностью до второго десятичного знака и регистрировать их в журнале (приложение А) с указанием метода определения (пп. 4.2 и 4.3).

5 Метод определения растительных остатков

5.1 Растительные остатки надлежит выделить из средней пробы грунта воздушно сухого состояния и определить их количество в процентах.

5.2 Аппаратура

Баня песчаная или водяная.

Весы лабораторные с погрешностью 0,01 г по ГОСТ 24104, ГОСТ 7328.

Воронка стеклянная диаметром 14 см. по ГОСТ 25336.

Груша резиновая.

Кисточка для сметания частиц с сита.

Лупа.

Мешалка.

Нож.

Пинцет.

Сита с сетками проволочными тканными № 1 и 0,25. по ГОСТ 6613.

Стекло органическое листовое. по ГОСТ 17622.

Цилиндр (см. приложение В).

Ступка фарфоровая пестик с резиновым наконечником. по ГОСТ 9147.

Термометр по ГОСТ 215 с погрешностью изменений до 0.5 °С.

Ткань суконная или шерстяная (кусочек).

Чашки фарфоровые. по ГОСТ 9147.

Шкаф сушильный.

Шпатель. по ГОСТ 9147.

Эксикатор с кальцием хлористым 2-водным. по ГОСТ 25336 и ТУ 6.09.5077.

5.3 Проведение испытаний

5.3.1 Подготовленный грунт надлежит тщательно перемешать и отобрать методом квадратов среднюю пробу не менее 25 г. Одновременно следует отобрать пробу для определения гигроскопической влажности по ГОСТ 5180.

5.3.2 Взятую пробу необходимо поместить на стекло с подложенной под него бумагой (для фона). Растительные остатки следует тщательно отобрать (под лупой), раздавливая комочки грунта пинцетом (сухим способом). Для ускорения процесса удаления растительных остатков из грунта следует пользоваться не электролизованной пластинкой из органического стекла, а при больших количествах растительных остатков применять отмучивание их в водопроводной воде (мокрый способ).

Сухую пластинку из органического стекла необходимо натереть кусочком шерстяной или суконной ткани и быстро провести ее над грунтом, распределенным тонким слоем на стекле или бумаге, следя, чтобы к пластинке не притягивались вместе с растительными остатками глинистые частицы. Пластинку следует держать примерно на 5 см выше слоя грунта.

5.3.3 Для отмучивания растительных остатков среднюю пробу грунта следует высыпать в заранее взвешенную фарфоровую чашку, взвесить, смочить водой, и слегка растереть пестиком с резиновым наконечником так, чтобы не повредить растительные остатки. Затем следует отмутить песок, для чего грунт заливают водой, перемешивают и сливают верхний слой с глинистыми частицами сквозь сито с сеткой № 1 в течение 5-8 с в большую фарфоровую чашу, следя, чтобы на сито не попал песок. Операцию необходимо повторять до полной отмывки песка в чашке.

Растительные остатки на сите следует отмыть от глинистых частиц и перенести во взвешенную фарфоровую чашку. Прошедшие сквозь сито глинистые частицы следует в чашке взболтать, дать им возможность осесть, а растительные остатки, прошедшие сквозь сито с сеткой № 1, слить через сито с сеткой № 0,25 в другую чашку.

Растительные остатки, оставшиеся на ситах с сетками № 1 и № 0,25, следует соединить в одной чашке, а воду выпарить на бане. Все прошедшие через сито частицы грунта следует из чашки перенести в цилиндр и проверить полноту выделения растительных остатков (приложение Б).

5.3.4 Выделенные песчаные, глинистые частицы и растительные остатки следует высушить в сушильном шкафу до постоянного веса при температуре 100-105 °С и взвесить с погрешностью не более 0,01 г.

5.4 Обработка результатов.

5.4.1 Количество растительных остатков $J_{отп}$ в процентах следует вычислить по формуле

$$J_{отп} = \frac{m_{во}}{m_в} \cdot 100$$

где $m_{во}$ — масса сухих растительных остатков, г;

$m_в$ — масса сухого грунта, г.

Для пересчета воздушно-сухой навески на сухую применяют коэффициент $K = \frac{100 - w_г}{100}$, где $w_г$ — гигроскопическая влажность в процентах.

6. Оксидометрический метод

6.1 Органическое вещество надлежит окислить двухромовокислым калием в сильнокислой среде до образования углекислоты, затем оттитровать избыток двухромовокислого калия раствором соли Мора и определить содержание органического углерода в грунте по разности объемов в соли Мора, израсходованных на титрование двухромовокислого калия в опыте без грунта и в опыте с грунтом.

6.2 Аппаратура и материалы.

6.2.1 Аппаратура

Баня песчаная или баня водяная.

Бутыли с притертыми пробками, емкостью 5000 мл.

Бутыль с притертой пробкой, емкостью 10000 мл.

Бюретки.

Весы лабораторные с погрешностью 0,0005г по ГОСТ 24104, ГОСТ 7328.

Воронки стеклянные, диаметром 3,5 и 10 см, по ГОСТ 25336.

Капельницы лабораторные стеклянные по ГОСТ 25336.

Колбы конические плоскодонные из термостойкого стекла, емкостью 100 и 2500-5000 мл. по ГОСТ 1770.

Колбы мерные по ГОСТ 1770 емкостью 1000 мл.
Палочки стеклянные.
Пробирки стеклянные по ГОСТ 25336.
Сушилка типа СПТ (Тищенко) по ГОСТ 25336.
Стекло часовое.
Шкаф сушильный.
Чашки фарфоровые диаметром 5 и 9 см по ГОСТ 9147.
Шпатель по ГОСТ 9147.

6.2.2 Материалы.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.
Калий гидрат оксид (кали едкое)
Калий двухромовокислый (бихромат) по ГОСТ 2652.
Калий марганцевокислый по ГОСТ 20490.
Кислота азотная по ГОСТ 4461.
Кислота серная по ГОСТ 4204.
Кислота фенилантраниловая.
Пирогаллол по ГОСТ 10451.
Натрий углекислый по ГОСТ 83.
Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277.
Соль закиси железа и аммония двойная сернокислая (соль Мора) по ГОСТ 4208.

6.3 Подготовка к испытанию.

6.3.1 Среднюю пробу массой около 3 г, следует отобрать способом квартования из грунта (с удаленными растительными остатками и просеянного через сито с сеткой № 1), залить дистиллированной водой и перемешать в фарфоровой чашке стеклянной палочкой в течение 15 мин.

6.3.2 Раствор необходимо отфильтровать в пробирку, подействовать раствором (1 н) азотнокислого серебра и перемешать (взбалтыванием). Если появляется синяя муть, из грунта перед определением углерода окислением органического вещества двухромовокислого калия следует удалить хлориды.

6.3.3 Для удаления хлоридов необходимо взять 25 г, подготовленного к анализу грунта. Навеску грунта следует поместить в стакан, залить дистиллированной водой, подкисленной несколькими каплями серной кислоты (1 н), и способом декантации перенести на фильтр.

Во взятой сухой навеске грунта отмывать хлориды следует до исчезновения хлора (реакция на хлор). Отмытую навеску грунта с фильтра следует перенести в фарфоровую чашку, высушить до воздушно-сухого состояния на водяной бане и после охлаждения взвесить.

Для определения содержания углерода необходимо установить соотношения K_1 между первоначальной массой влажного грунта и его массой перед удалением хлоридов и высушиванием

$$K_1 = \frac{m_1}{m_2}$$

где m_1 — масса воздушно-сухой пробы, взятой для удаления хлоридов, г;
m_2 — масса пробы после удаления хлоридов, г.

6.4 Проведение испытания

6.4.1 Среднюю пробу массой 10 - 20 г. следует дополнительно растереть в ступке до размеров частиц, которые полностью проходят через сито с отверстиями сетки 0,25 мм (до состояния пудры) и тщательно перемешать.

Величина навески должна быть от 0,05 до 1 г в зависимости от предполагаемого содержания гумуса в соответствии с таблицей 1.

Таблица 1

Окраска сухого грунта	Содержание гумуса, %	Величина навески, г.
Очень черная или темно-коричневая	10-15	0,05 - 0,1
Черная или коричневая	7 - 10	0,1 - 0,15
Темно-серая	4 - 7	0,15 - 0,2
Серая	2 - 4	0,2 - 0,6
Светло - серая	1 - 2	0,5 - 1
Белесая	Менее 1	1,0

6.4.2 Одновременно необходимо отобрать пробу для определения гигроскопической влажности по ГОСТ 5180.

6.4.3 Пробу грунта следует взвесить на листочке кальки. Массу пробы определить по разности между массой кальки с пробой и массой после пересыпания пробы в коническую колбу, емкостью 100 мл. Погрешность взвешивания должна быть в пределах ± 0,0005 г.

6.4.4 К навеске грунта с помощью бюретки надлежит добавить 10 мл хромовой смеси (0,4 н раствор двухромовокислого калия в разбавленной 1:1 серной кислоте). Раствор из бюретки спускают от нулевого деления по каплям (медленно) с соблюдением одинакового интервала времени при параллельных испытаниях.

Содержимое в колбе следует осторожно перемешать круговыми движениями колбы.

Колбы необходимо закрыть воронками диаметром 3,5 см для охлаждения водяных паров и поставить на горячую электроплитку с закрытой спиралью или песчаную баню. (Кипячение допускается проводить в термостате в течение 30 мин при температуре 150°С).

Кипячение раствора следует продолжать 5 мин (без выделения пара из воронки); оно должно быть еле заметным, то есть выделение пузырьков углекислоты, образующихся от окисления органических веществ грунта, должно быть обильным, при этом пузырьки должны быть немного больше макового зерна. Отсчет времени кипячения производят с момента появления относительно крупного пузырька газа.

В процессе кипячения окраска раствора должна изменяться из оранжевой в буровато-коричневую. Если появляется зеленая окраска, что говорит о полном израсходовании хромовой кислоты и возможном недостатке ее на окисление гумуса, опыт следует повторить, уменьшив навеску грунта.

По окончании кипячения колбу следует снять с плитки (бани) или вынуть из термостата, обмыть воронку небольшим количеством воды, дать колбе охладиться до комнатной температуры и провести титрование.

6.4.5 Титрование избытка хромовой смеси следует проводить в присутствии фенилантраниловой кислоты. Перед титрованием необходимо обмыть горло колбы из промывалки дистиллированной водой (количество воды не должно превышать 20 мл), прибавить 5-6 капель 0,2%-ного раствора фенилантраниловой кислоты и титровать раствор кислоты раствором соли Мора (0,2 н.) до перехода окраски в зеленое. Раствор

соли Мора под конец титрования следует приливать по каплям, все время перемешивая раствор энергичным взбалтыванием.

6.4.6 Перед началом или в конце испытания надлежит провести опыт без грунта для установления соотношения между растворами хромовой смеси и соли Мора в условиях, аналогичных п. 6.4.4. В две конические колбы емкостью 100 мл следует налить 10 мл хромовой смеси, для равномерности кипения прибавить на кончике тонкого шпателя примерно 0,2 г растертый в порошок прокаленной пемзы (использовать для этой цели песок не допускается) и содержимое в колбах кипятить 5 мин, как указано в п. 6.4.4.

После охлаждения прокипяченную хромовую смесь следует титровать 0,2 н раствором соли Мора в соответствии с п. 6.4.5 и определить среднее из двух опытов количество соли Мора, израсходованное на титрование 10 мл хромовой смеси.

6.4.7 Определение органического углерода следует проводить в двух параллельных испытаниях. Целесообразно сначала провести одно определение органического углерода для серии навесок грунта, затем подсчитать результаты и провести повторное определение для тех же образцов, но с уточненными навесками.

6.5 Обработка результатов

Количество органического углерода $C_{орг}$ в процентах на сухую навеску грунта следует вычислить по формуле

$$C_{от} = \frac{(a-b)n \cdot 0{,}003}{g} \times 100$$

где a — количество раствора соли Мора, израсходованной на титрование 10 мл хромовой смеси в «опыте с пензой», мл;

b — количество соли Мора, израсходованной на титрование избытка хромовой смеси в опыте с грунтом, мл;

n — нормальность раствора соли Мора, устанавливаемая по ее титрованию раствором перманганата (0,1 н.);

0,003 — величина одного мг.-экв. углерода (грамм - эквивалент углерода $\frac{12.01}{4}=3$, где 1 мг.-экв. углерода будет равен 0,003 г.);

g — навеска сухого грунта, г.

Для пересчета воздушно-сухой навески на сухую применяют коэффициент $K=\frac{100-w_r}{100}$, где w_r — гигроскопическая влажность грунта.

При наличии в грунте хлоридов для пересчета $C_{от}$ применяют коэффициент K_1 (п.6.3.3).

7 Метод сухого сжигания

7.1 Окисление углерода бескарбонатной навески грунта следует производить сжиганием этой навески в протоке кислорода при температуре 950-1000°С до прекращения выделения углекислого газа, учитываемого газообъемным методом, с последующим пересчетом на углерод.

7.2 Аппаратура и материалы.

7.2.1 Аппаратура

Автотрансформатор ЛАТР-1 М.

Баня песчаная или баня водяная.

Баллон кислородный с редуктором, по ГОСТ 13861.

Барометр - анероид.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104, ГОСТ 7328.

Газоанализатор ГОУ-1.

Газометр стеклянный, по ГОСТ 25336.
Воронки стеклянные диаметром 10-14 см, по ГОСТ 25336.
Калиаппарат или склянка с насадкой СН (Дрекселя).
Колонки для сушки газа, 2 шт.
Краны двухходовые, по ГОСТ 7995.
Крючок из прочной низкоуглеродистой проволоки.
Лодочки фарфоровые, по ГОСТ 9147.
Печь электрическая трубчатая горизонтальная, обеспечивающая нагрев до 1000°С типа СУОЛ 025 1/12-М1.
Плитка с закрытой спиралью.
Пробки резиновые.
Сетка медная.
Склянки промывные, 3 шт. по ГОСТ 25336.
Тигли емкостью 50 см³. по ГОСТ 9147.
Трубка U-образная по
Трубка кварцевая или фарфоровая длиной 750 мм и внутренним диаметром 18-20 мм.
Трубка резиновая внутренним диаметром 3-4 мм.
Чашки фарфоровые, 2 шт. по ГОСТ 9147.
Шкаф сушильный.
Эксикатор с кальцием хлористым 2-водным по ГОСТ 25336 и ТУ 6.09-5077.

7.2.2 Материалы

Ангидрид хромовый по ГОСТ 3776.
Аскарит с размером зерен 3-5 мм или известь натронная.
Вата стеклянная.
Вода дистиллированная, по ГОСТ 6709.
Индикатор универсальный или лакмус.
Калия гидрат окиси (кали едкое).
Калий двухромовокислый (бихромат) по ГОСТ 2652.
Кальций хлористый безводный по ГОСТ 4460.
Кислород газообразный по ГОСТ 5583, полученный методом глубокого охлаждения воздуха.
Кислота серная по ГОСТ 4204.
Кислота соляная по ГОСТ 3118.
Метиловый оранжевый.
Натрия гидроокись (натр едкий) по ГОСТ 4328.
Кварцевая пудра.
Фильтры.

7.3 Подготовка установки к испытанию.

7.3.1 Для подготовки установки (рисунок-1) к испытанию надлежит сосуд 17 и калиаппарат 2 наполнить 40 %-ным раствором калия, гидрата окиси. В уравнительную склянку 16 налить 450 мл дистиллированной воды, добавить несколько капель серной кислоты и 2-3 капли метилоранжа (окрашенная жидкость). В рубашку газоизмерительной бюретки 14 и рубашку холодильника 10 следует налить дистиллированную воду.

7.3.2 Газометр 1 надлежит наполнить кислородом, колонку для сушки газов 3 — натронной извести или аскаритом, колонку для сушки газов 4 — безводным хлористым кальцием. В U-образную трубку 7 следует поместить стеклянную вату, а фарфоровую трубку 6 — медную сетку со стороны, обращенной к U-образной трубке. В сосуд 8 надлежит налить раствор хромового ангидрид в серной кислоте (Приложение Г,), а в сосуд 9 — раствор двухромовокислого калия в серной кислоте (Приложение Г,).

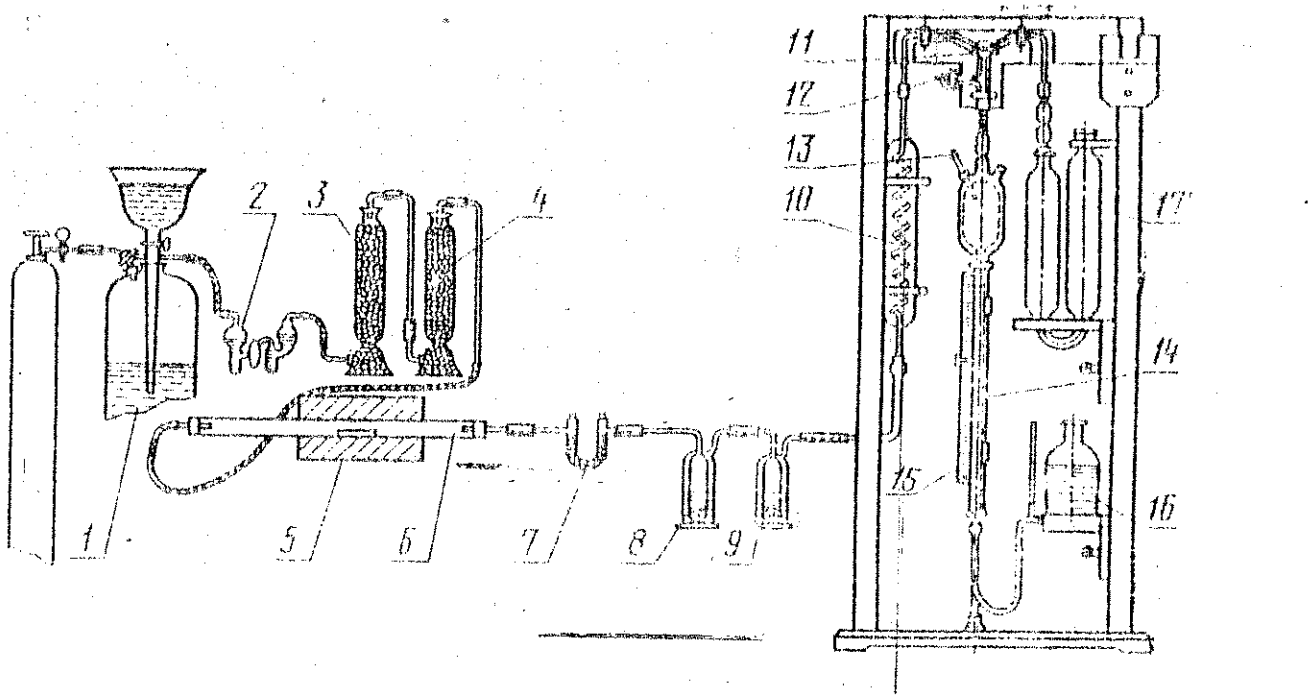
7.3.3 Установку следует проверить на герметичность. Установка герметична, если уровень раствора в сосуде 17 и измерительной бюретке 14 остаются без изменений в течение 10-15 мин. Если установка негерметична, ее следует разобрать, протереть все краны мягкой тканью, смазать вазелином, собрать и снова проверить на герметичность.

7.3.4 Фарфоровую трубку 6 и лодочки для зажигания надлежит прокалить в токе кислорода при температуре 1000°С.

Лодочки следует хранить в эксикаторе.

Шлиф крышки эксикатора не следует укрывать смазывающими веществами, так как кислород взрывоопасен при попадании масел.

7.3.5 При герметичности через установку следует пропустить кислород в течение 15-20 мин при температуре печи 1000°С, после чего провести опыт без лодочки. Опыт без лодочки надлежит проводить так же, как и сжигание (п.7.4), но при этом показания шкалы 15 после поглощения газов кали едким должно быть нулевым. Если уровень жидкости в бюретке 14 после обработки газов кали едким стал выше нуля, опыт без лодочки следует повторить.



1 — газометр с кислородом; 2 — калиаппарат с кали едким; 3 — колонка для сушки газов с аскаритом или натронной известью; 4 — колонка для сушки газов с хлористым кальцием ; 5 — печь электрическая трубчатая горизонтальная; 6 — трубка фарфоровая или кварцевая; 7 — трубка U-образная со стеклянной ватой для выдерживания механических примесей; 8 — сосуд поглотительный с раствором хромового ангидрида в серной кислоте для удержания окислов серы; 9 — сосуд поглотительный с раствором двухромовокислого калия в серной кислоте, для удержания окислов азота; 10 — холодильник; 11 — кран трехходовой; 12 — кран для соединения газоизмерительной бюретки с атмосферой; 13 — термометр; 14 — газоизмерительная бюретка №2; 15 — подвижная шкала газоизмерительной бюретки; 16 — склянка уравнительная; 17 — сосуд, наполненный раствором едкого кали для поглощения углекислого газа.

Рисунок 1 — установка для определения углерода органических соединений сухим сжиганием.

7.4 Подготовка пробы к испытанию

7.4.1 Перед сжиганием углерода надлежит проверить его на карбонатность: для этого из подготовленного к испытанию образца грунта способом квадратов следует взять среднюю пробу (1 г) в фарфоровую чашку и прибавить 2-3 капли 10 %-ной соляной кислоты. Если вскипание отсутствует, карбонатов нет, вскипание сильное и продолжительное — карбонатов меньше 10 % вскипание бурное и продолжительное — карбонатов больше 10 %. Карбонаты должны быть удалены способом, исключающим разложение органического вещества.

7.4.2 Для разрушения карбонатов следует применять раствор 5 %-ной серной кислоты.

В фарфоровый тигель емкостью 50 мл необходимо взять способом квадратов среднюю пробу грунта весом 3 г, налить 3-4 мл дистиллированной воды, перемешать грунт стеклянной палочкой. Затем в тигель из бюретки или делительной воронки налить раствор 5 %-ной серной кислоты. Во избежание бурного вскипания и разбрызгивания суспензии кислоту следует лить небольшими порциями, все время перемешивая грунт. При прекращении выделения пузырьков газа, образующихся при реакции, необходимо проверить pH суспензии по индикаторной универсальной бумаге (pH 1 — 10). Доводя реакцию суспензии до кислой (pH 5,5 — 5,0), добавляют еще 0,5 мл раствора 5 %-ной серной кислоты. После тщательного перемешивания вынимают стеклянную палочку из тигля и осторожно смывают ее дистиллированной водой из промывалки. Переносят тигель на плитку с закрытой спиралью, кипятят суспензию в течение 5 мин при слабом нагреве и проверяют реакцию жидкости с помощью индикаторной бумаги.

Если pH суспензии сохраняется кислым, то разрушение карбонатов закончено.

При наличии щелочной реакции (pH>7) добавляют еще немного серной кислоты и вновь кипятят суспензию 5 мин.

После окончания разрушения карбонатов тигель снимают с плитки. Нейтрализуют суспензию и определяют реакцию по индикаторной бумаге, добавляя по каплям 2 %-ный раствор едкого натра до pH 6,5.

Тигель надлежит перенести на песчаную баню, выпарить содержимое, а затем высушить в сушильном шкафу в течение 5 ч.

После охлаждения в эксикаторе тигли с осадками следует взвесить с погрешностью ± 0,0005 г.

7.4.3 Для расчета углерода необходимо установить соотношение между первоначальным весом и его весом после разрушения карбонатов

$$K_2 = \frac{m_1}{m_2},$$

где m_1 — масса воздушно-сухой пробы до разрушения карбонатов, г;

m_2 — масса высушенной пробы после разрушения карбонатов, г.

В процессе кислотной обработки происходит разрушение карбонатных минералов и образование сернокислых солей. При этом масса пробы грунта, как правило увеличивается;

До определения углерода высушенную пробу следует хранить в эксикаторе.

7.4.4 Из некарбонатного растертого грунта надлежит взять навеску с погрешностью ± 0,0005 г для определения углерода органических соединений.

Величина навески определяется предполагаемым содержанием гумуса:

для песков.....1 г

для глин.....0,5 г

для грунтов с содержанием гумуса больше 10%.....0,01 — 0,03 г

42

7.5 Проведение испытания

7.5.1 Определение углерода органических соединений следует проводить с помощью установки (рисунок 1).

7.5.2 Газоизмерительную бюретку 14 следует заполнить доверху окрашенной жидкостью из уравнительной склянки 16, для чего открыть кран 12 и поднять уравнительную склянку в верхнее положение, затем кран 12 закрыть.

7.5.3 Навеску грунта следует поместить в предварительную прокаленную лодочку, присыпать сверху кварцевой пылью для предотвращения вспышки и при помощи крючка ввести лодочку в центральную часть фарфоровой трубки 5, предварительно нагретой до 950 - 1000 °С, затем быстро закрыть трубку 6 пробкой, через отверстие в которое подается кислород для сжигания, для чего следует открыть кран газометра 1 и пустить кислород со скоростью 4 пузырька в секунду. Счет пузырьков ведется в калиаппарате 2.

7.5.4 Кран 11, соединяющий фарфоровую трубку 6 с измерительной бюреткой 14, некоторое время (≈30 с) следует держать закрытым, чтобы начало сжигания проходило по давлением. Затем кран 11 следует открыть, соединяя фарфоровую трубку 6 с измерительной бюреткой 14. Газовая смесь (кислород и углекислый газ) из фарфоровой трубки 6, пройдя сосуды 7, 8, 9 и холодильник 10, поступает в измерительную бюретку 14, вытесняя окрашенную жидкость. Заполнение бюретки газом продолжается около 3 мин. Затем надлежит прекратить подачу кислорода, закрыть кран газометра 1 и для герметизации измерительной бюретки закрыть кран 11.

7.5.5 Перемещая уравнительную склянку 16 следует установить поверхность жидкости в ней на одном уровне с жидкостью в бюретке 14 и с этими уровнями совместить нулевое деление подвижной шкалы 15 бюретки 14.

7.5.6 Поставив кран 11 в положение, соединяющее измерительную бюретку 14 с сосудом 17, и поднимая уравнительную склянку 16 в верхнее положение, следует перевести газовую смесь из бюретки 14 в сосуд 17; затем, опуская уравнительную склянку 16, следует перевести газ из сосуда 17 обратно в бюретку 14. Эту операцию повторяют два раза для лучшего поглощения углекислого газа.

7.5.7 Затем следует закрыть кран 11, соединяющий бюретку 14 с сосудом 17, и установить поверхность жидкости в уравнительной склянке 16 на одном уровне с жидкостью бюретки 14. А счет положения этого уровня по шкале 15 бюретки даст количество углекислого газа, поглощенного в сосуде 17, то есть содержимое углерода в анализируемой навеске.

7.5.8 После перевода газа из сосуда 17 в бюретку 14 перед отсчетом уровней жидкостей необходимо установить полное стекание капель жидкости со стенок бюретки (обычно около 1 мин).

7.5.9 Операцию по сжиганию навески грунта в потоке кислорода повторяют 4-6 раз до прекращения выделения углекислого газа. Для расчета содержания углерода навеске грунта следует суммировать количество выделившегося при ее сжигании углекислого газа. После испытания надлежит измерить температуру газа бюретки 14 и термостата 13 и атмосферное давление по барометру.

7.6 Обработка результатов

7.6.1 Количество органического углерода $C_{орг}$ в процентах следует вычислять по формуле

$$C_{орг} = \frac{aD}{c},$$

где a — показания шкалы газоизмерительной бюретки (сумма отсчетов) содержания органического углерода в пробе, %;
p — поправочный коэффициент на температуру и давление, принимаемых в соответствии с таблицей приложения Д;
g — масса пробы, г.

Для пересчета воздушно-сухой навески на сухую следует применить коэффициент K (п.6.5). Вычисленная величина C_{om} для карбонатного грунта определяет содержание органического углерода в процентах в грунте, из которого удалены карбонаты63(нерастворимые остатки).

7.6.2 Пересчет C_{om} на карбонатный грунт следует производить по формуле

$$C_{om} = \frac{ap}{g} K_2,$$

где K_2 — содержание нерастворимого остатка в грунте, в долях единицы (п.7.4.3).

Приложение А
(рекомендуемое)

Журналы определения органических веществ в грунте

1. Журнал определения количества растительных остатков в грунте

Дата	Лабораторный номер	Наименование грунта	Номер	Вес, г			Гигроскопическая влажность	Вес сухого грунта, г	Номер	Вес, г				Количество растительных остатков, %	Метод выделения растительных остатков
				воздушно-сухого грунта и чашки	чашки	воздушно-сухого грунта				воздушно-сухих растительных остатков и чашки	сухих растительных остатков и чашки	чашки	сухих растительных остатков		

Исполнитель _____
(фамилия, имя, отчество)

Журнал проверил "__" _____ 19__ г. _____
(должность, фамилия, имя, отчество, подпись)

2. Журнал определения оксидометрическим методом количества органического углерода в грунте

Дата	Лабораторный номер	Наименование грунта	Номер колбы	Вес, г			Гигроскопическая влажность, %	Вес сухого грунта, г	Хромовая смесь, мл	Соль Мора		Количество $C_{орг}$, %	Гумус, %
				воздушно-сухого грунта и калька	калька	воздушно-сухого грунта				Нормальность, н	Израсходовано, мл		

Исполнитель _____
(фамилия, имя, отчество, подпись)

Журнал проверил "___" _____ 19___ г.
(должность, фамилия, имя, отчество, подпись)

3.Журнал для проведения методом сухого сжигания количества органического углерода в грунте

Дата	Лабораторный номер	Наименование грунта	Вес, г			Показание шкалы				Поправочный коэффициент на температуру, удельное γ	Количество $C_{орг}$, %		Гумус, %
			лодочки с грунтом	лодочки	грунта	1	2	3	Сумма		в пересчете на абсолютно сухую навеску	в карбонатном грунте	

Исполнитель _____
(фамилия, имя, отчество, подпись)

Журнал проверил "___" _____ 19___ г.
(должность, фамилия, имя, отчество, подпись)

Приложение Б
(Рекомендуемое)

Проверка чистоты выделений растительных остатков из грунта

Для проверки чистоты выделения растительных остатков из грунта рекомендуется оставшийся в фарфоровой чашке глинистый остаток (п.5.3.3) перенести методом декантации через сито с сеткой № 0,25 в цилиндр (рисунок Б.1) и долить его водой до метки. Затем следует измерить температуру воды, взболтать перенесенный в цилиндр грунт мешалкой в течение 1 мин и слить через верхний штуцер во взвешенную фарфоровую чашку 100 миллиметровый слой суспензии через интервал времени, указанный в зависимости от температуры в таблице Б.1.

Через нижний штуцер слить нижний слой суспензии в другую чашку, если на стенках цилиндра остались растительные остатки, собрать их пальцем и добавить к растительным остаткам, оставшимся на сите. Собранные в чашки суспензии выпаривать на бане и каждую фракцию проверить на частоту выделения растительных остатков. Оставшиеся в процессе выпаривания на стенках чашек растительные остатки следует собрать с помощью пластинки из органического стекла и добавить к ранее выделенным растительным остаткам.

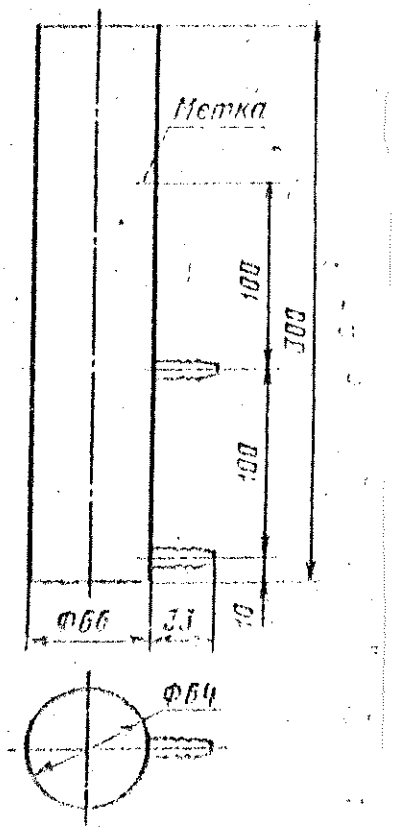


Рисунок Б.1.
Цилиндр для проверки полноты выделения растительных остатков

47

Таблица Б.1.

Плотность частиц г/см³	Температура °С								
	10	12,5	15	17,5	20	22,5	25	27,5	30
	Время падения частиц 0,005 мм на глубину более 10 см								
2,45	1 ч 49'33"	1 ч 42'22"	1 ч 36'	1 ч 30'5"	1 ч 24'52"	1 ч 19'54"	1 ч 15'31"	1 ч 11'15"	1 ч 7'28"

РСТ Уз 230-96

Приложение В
(Справочное)

Приготовление раствора для определения содержания органических веществ в грунте окислением двухромовокислым калием

1. Приготовление хромовой смеси (0,4 н. раствора двухромовокислого калия в разбавленной 1:1 серной кислоте)

Растворяют 40 г измельченного в фарфоровой ступке кристаллического двухромовокислого калия 500-600 мл дистиллированной воды и фильтруют через бумажный фильтр в мерную колбу емкостью 1000 мл.

Раствор доводят до метки дистиллированной водой и переливают в колбу из термостойкого стекла емкостью 2,5 - 5 л.

К раствору приливают (под тягой) небольшими порциями (по 100 мл) 1л серной кислоты (плотностью 1,84 гс/см³) при осторожном и многократном помешивании. Раствор закрывают воронкой, оставляют стоять для полного охлаждения до следующего дня, еще раз перемешивают и переливают в бутыль с притертой пробкой. Хранят раствор в темном месте.

2. Приготовление 0,2 н раствора соли Мора

Для приготовления 0,2 н раствора помещают 80 гс соли Мора (используя только голубые кристаллы, сильно побуревшие отбрасывают), в колбу емкостью 1 л и заливают 1 л раствором серной кислоты примерно ⅔ ее объема. Раствор взбалтывают до полного растворения соли, фильтруют через двойной складчатый фильтр, добавляют дистиллированную воду до метки и хорошо перемешивают.

Раствор хранят в бутыли, изолированный от воздуха (рисунок В.1). В склянку Тимошенко помещают щелочный раствор пирогаллола.

Для приготовления щелочного раствора пирогаллола растворяют 12 гс пирогаллола и 50 мл воды и смешивают с раствором едкого кали (130 гс кали едкого на 300 мл воды).

Нормальность раствора соли Мора устанавливают и проверяют по 0,1 н раствор марганцовокислого калия. В коническую колбу емкостью 250 мл отмеряют бюреткой 10 мл раствора соли Мора, прибавляют 50 мл дистиллированной воды и 1 мл серной кислоты (плотность 1,84 гс/см³), титруют 0,1 н раствором марганцовокислого калия до слаборозовой окраски, не исчезающей в течение 1 мин. Титрование проводят в трехкратной повторности.

Нормальность раствора соли Мора (N_1) вычисляют по формуле

$$N_1 = \frac{N_2 V_2}{V_1},$$

где V_2 — объем марганцовокислого калия, см³;

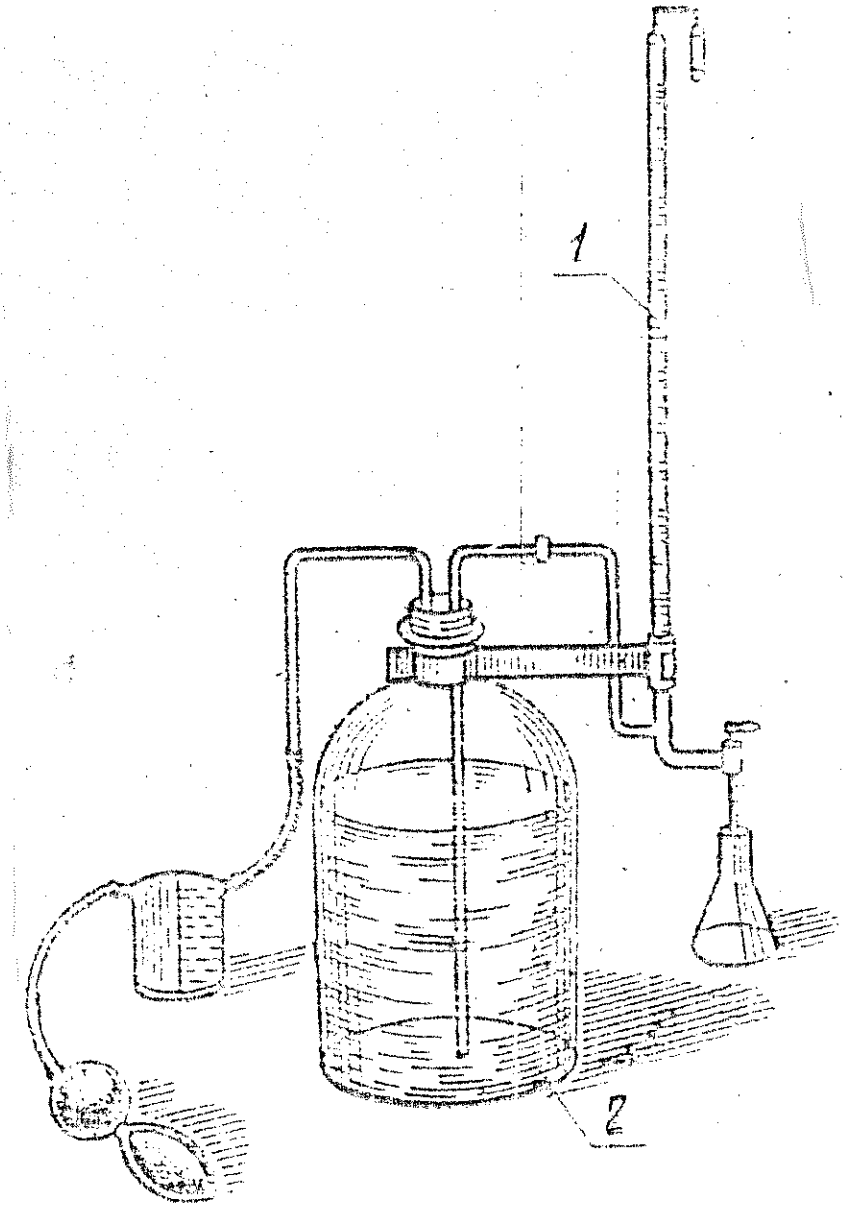
N_2 — нормальность раствора марганцовокислого калия, н;

V_1 — объем соли Мора, см³.

3. Приготовление раствора фенилантраниловой кислоты

Отвешивают 0,2 фенилантраниловой кислоты и растворяют в 100 мл 0,2%-ного раствора соды.

Для улучшения смачивания порошка индикатора взятую навеску необходимо предварительно перемешать в фарфоровой чашке стеклянной палочкой с несколькими миллилитрами 0,2%-ного раствора соды до пастообразного состояния. Затем добавить остальное количество раствора соды при тщательном перемешивании.



1 - предохранительная трубка с кристаллами сернокислого железа; 2 - склянка Тищенко со щелочным раствором пирогаллола

Рисунок В.1
Установка для хранения титрованного раствора соли Мора

Приложение Г
(Справочное)

Приготовление растворов для определения содержания углерода органических соединений в грунте сухим сжиганием

1. Приготовление 40%-ного раствора кали едкого

Растворяют 40 весовых частей гранулированного кали едкого в 60 весовых частях дистиллированной воды. Плотность 40%-ного раствора кали едкого равна 1,40 г/см³. Если плотность приготовленного по весовым соотношениям компонентов раствора кали едкого оказалось ниже, чем 1,40 г/см³, добавляют еще гранулированного кали едкого, доводя плотность р-ра до 1,40 г/см³.

2. Приготовление раствора двухромовокислого калия в серной кислоте.

Растворяют 0,3 г измельченного в фарфоровой ступке кристаллического двухромовокислого калия в 50 мл серной кислоты плотностью 1,84 г/см³. При необходимости получения более значительного объема раствора увеличивают количество двухромовокислого калия и серной кислоты в том же соотношении.

3. Приготовление раствора хромового ангидрида в серной кислоте.

Берут 30 мл дистиллированной воды и добавляют 12 г измельченного в фарфоровой ступке кристаллического хромового ангидрида, растворенного в 15 мл серной кислоты плотностью 1,84 г/см³.

При необходимости получения более значительного объема раствора увеличивают количество всех трех компонентов в том же соотношении.

Приложение Д
(Справочное)

Поправки на атмосферное давление и температуру к газометрическому определению углерода

Атмосферное давление мм рт.ст.	Температура в бюретке, °С												
	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30
730	0,9507	0,9462	0,9415	0,9369	0,9322	0,9274	0,9226	0,9177	0,9127	0,9077	0,9026	0,8975	0,8922
732	0,9534	0,9488	0,9442	0,9395	0,9348	0,9300	0,9252	0,9203	0,9153	0,9103	0,9052	0,9000	0,8948
734	0,9561	0,9515	0,9468	0,9421	0,9374	0,9326	0,9278	0,9229	0,9179	0,9129	0,9078	0,9026	0,8977
736	0,9587	0,9541	0,9495	0,9448	0,9400	0,9352	0,9304	0,9255	0,9205	0,9155	0,9103	0,9052	0,8999
738	0,9614	0,9568	0,9521	0,9474	0,9427	0,9379	0,9330	0,9281	0,9231	0,9180	0,9129	0,9077	0,9025
740	0,9640	0,9594	0,9548	0,9500	0,9453	0,9405	0,9356	0,9307	0,9257	0,9206	0,9155	0,9103	0,9050
742	0,9667	0,9621	0,9574	0,9527	0,9479	0,9431	0,9382	0,9333	0,9283	0,9232	0,9181	0,9129	0,9076
744	0,9694	0,9647	0,9600	0,9553	0,9505	0,9457	0,9408	0,9359	0,9309	0,9258	0,9206	0,9154	0,9101
746	0,9720	0,9674	0,9627	0,9579	0,9532	0,9483	0,9434	0,9385	0,9334	0,9284	0,9232	0,9180	0,9127
748	0,9747	0,9700	0,9653	0,9606	0,9558	0,9509	0,9460	0,9411	0,9360	0,9309	0,9258	0,9206	0,9152
750	0,9774	0,9727	0,9680	0,9632	0,9587	0,9535	0,9486	0,9437	0,9386	0,9335	0,9284	0,9231	0,9178
752	0,9800	0,9753	0,9706	0,9659	0,9611	0,9562	0,9502	0,9463	0,9412	0,9361	0,9309	0,9254	0,9204
754	0,9827	0,9780	0,9733	0,9685	0,9637	0,9588	0,9538	0,9489	0,9438	0,9387	0,9335	0,9282	0,9229
756	0,9854	0,9806	0,9759	0,9711	0,9663	0,9614	0,9564	0,9515	0,9464	0,9413	0,9361	0,9308	0,9255
758	0,9880	0,9833	0,9785	0,9738	0,9689	0,9640	0,9591	0,9541	0,9490	0,9439	0,9387	0,9334	0,9280
760	0,9907	0,9860	0,9812	0,9764	0,9715	0,9666	0,9617	0,9567	0,9516	0,9464	0,9412	0,9359	0,9306
762	0,9933	0,9886	0,9837	0,9790	0,9749	0,9692	0,9643	0,9593	0,9542	0,9490	0,9438	0,9385	0,9331
764	0,9960	0,9913	0,9865	0,9817	0,9768	0,9719	0,9669	0,9619	0,9568	0,9516	0,9464	0,9411	0,9357
766	0,9987	0,9939	0,9891	0,9843	0,9794	0,9745	0,9695	0,9645	0,9594	0,9542	0,9489	0,9436	0,9382
768	1,0013	0,9966	0,9918	0,9869	0,9820	0,9771	0,9721	0,9670	0,9619	0,9568	0,9515	0,9462	0,9408
770	1,0010	0,9992	0,9944	0,9895	0,9847	0,9797	0,9747	0,9696	0,9645	0,9593	0,9541	0,9488	0,9434

Примечание. Таблица содержит поправочные коэффициенты для измерительной бюретки, калиброванной при 16°С и давлении 760 мм рт. ст., с использованием в качестве запирающей жидкости 2% ного раствора серной кислоты. Для других условий проведения измерений (давление ниже 730 и выше 770 мм рт. ст.) следует брать поправочные коэффициенты из таблицы 1, прилагаемой к прибору ГОУ-1.

РСТ УЗ 450-96

РСТУз 450-96

УДК 624.131.43 Ж19

Ключевые слова: Грунты, органические вещества, растительные остатки, гумус, органический углерод, оксидометрический метод, метод сухого сжигания

РСТУз 750-96

Директор ЭПЦИТИ Джумаев К., М.

Зам. директора по научной работе Мирзаахмадий М.

Руководитель темы, зам. директора по научной работе Мирзаахмадий М.

Ответственный исполнитель Сапаров А.