|  |
| --- |
| **ЕВРАЗИЙСКИЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ****(ЕАСС)****EURO-ASIAN COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION****(EASC)** |
| Picture in Документ1 | **МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ****СТАНДАРТ** | **ГОСТ** **ISO 10694—202\_***(проект, RU, первая редакция)* |

**КАЧЕСТВО ПОЧВЫ**

**Определение содержания органического и общего углерода после сухого сжигания (элементный анализ)**

**(ISO 10694:1995, IDT**)

*Настоящий проект стандарта не подлежит применению до его утверждения*

**Минск
Евразийский совет по стандартизации, метрологии и сертификации
202\_**

**Предисловие**

Евразийский совет по стандартизации, метрологии и сертификации (ЕАСС) представляет собой региональное объединение национальных органов по стандартизации государств, входящих в Содружество Независимых Государств. В дальнейшем возможно вступление в ЕАСС национальных органов по стандартизации других государств.

Цели, основные принципы и общие правила проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Федеральным государственным бюджетным учреждением «Российский институт стандартизации» (ФГБУ «Институт стандартизации») на основе официального перевода на русский язык англоязычной версии указанного в пункте 4 стандарта, который выполнен АО «ВНИИС»

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Евразийским советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от № )

За принятие проголосовали:

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| Краткое наименование страны по МК(ИСО 3166) 004–97 | Код страны поМК (ИСО 3166)004–97 | Сокращенное наименование национального органа по стандартизации |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |

4 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 10694:1995 «Качество почвы. Определение содержания органического и общего углерода после сухого сжигания (элементный анализ)» [«Soil quality – Determination of organic and total carbon after dry combustion (elementary analysis)», IDT].

Международный стандарт разработан подкомитетом SC 3 «Химические методы и характеристики почвы» Технического комитета по стандартизации ISO/TC 190 «Качество почвы» Международной организации по стандартизации (ISO).

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочных международных стандартов соответствующие им межгосударственные стандарты, сведения о которых приведены в дополнительном приложении ДА

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

6 Некоторые элементы настоящего стандарта могут являться объектами патентных прав

*Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.*

*В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»*

© ISO, 1995

Исключительное право официального опубликования настоящего стандарта на территории указанных выше государств принадлежит национальным органам по стандартизации этих государств.

**МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ**

|  |
| --- |
| **КАЧЕСТВО ПОЧВЫ****Определение содержания органического и общего углерода после сухого сжигания (элементный анализ)**Soil quality - Determination of organic and total carbon after dry combustion (elementary analysis) |

**Дата введения – 2022 – 07 – 01**

# 1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения содержания общего углерода в почве после сухого сжигания. Содержание органического углерода рассчитывается исходя из содержания общего углерода, после поправки на присутствующие в пробе карбонаты. Если карбонаты предварительно удалены, непосредственно измеряется содержание органического углерода.

Настоящий стандарт применим ко всем типам проб почв, подвергнутым воздушной сушке.

# 2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты [для датированных ссылок применяют только указанное издание ссылочного стандарта, для недатированных ссылок – последнее издание ссылочного стандарта (включая все изменения)].

ISO 3696:1987, Water for analytical laboratory use – Specification and test methods (Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы испытаний)

ISO 10390:1994, Soil quality – Determination of pH (Качество почвы − Определение pH)

ISO 10693:1995, Soil quality – Determination of carbonate content – Volumetric method (Качество почвы – Определение содержания карбоната – Объемный метод)

ISO 11464:1994, Soil quality – Pretreatment of samples for physico-chemical analyses (Качество почвы − Предварительная обработка образцов для физико-химического анализа)

ISO 11465:1993, Soil quality – Determination of dry matter and water content on a mass basis – Gravimetric method (Качество почвы − Определение содержания сухих веществ и воды по массе − Гравиметрический метод)

# 3 Принцип

Углерод, присутствующий в почве, окисляется до диоксида углерода (CO2) посредством нагревания почвы, как минимум, до 900°С в потоке кислородосодержащего газа, свободного от диоксида углерода.

Количество высвобождаемого диоксида углерода затем измеряется титриметрически, гравиметрически, кондуктометрически, газовой хроматографией или с использованием метода инфракрасного обнаружения, в зависимости от используемого оборудования. Когда почва нагрета до температуры, как минимум, 900 °C, все присутствующие карбонаты полностью разлагаются. Для определения содержания органического углерода любые присутствующие карбонаты предварительно удаляются путем обработки почвы соляной кислотой. В других случаях расчет содержания органического углерода проводится, если содержание карбоната в исследуемых пробах известно и сделаны поправки на их присутствие.

Примечание 1 – Когда pH CaCI менее 6,5, наличие карбонатов маловероятно. Например, комбинация из низкого pH и присутствия карбонатов возможна только в известковых почвах.

# 4 Реактивы

Используют реактивы только признанной аналитической чистоты и дистиллированную или деионизированную воду для приготовления всех растворов.

**4.1 Вода**, с электропроводностью не выше, чем 0,2 мСм/м при 25°С (соответствует 2 уровню воды по ISO 3696).

**4.2 Калибровочные вещества**, например, ацетанилид (C8H9NO), атропин (C17H23NO3), карбонат кальция (Ca2CO3), спектрографический графитовый порошок (С) и гидрофталат калия (C8H5KO4).

**4.3 Соляная кислота**, *c*(HCl) – 4 моль/л.

340 мл концентрированной соляной кислоты (*p=* 1,19 г/мл) добавляют к 1000 мл воды (4.1).

Примечание 2 – В зависимости от используемого метода обнаружения могут потребоваться реактивы и/или катализаторы для понижения, окисления, удаления и/или фиксации газообразных продуктов сжигания, которые препятствуют проведению анализа. Перед использованием оборудования необходимо ознакомиться с инструкцией изготовителя.

# 5 Оборудование и лабораторная посуда

**5.1 Стандартная лабораторная посуда**

**5.2 Аналитические весы** (способные взвешивать с точностью до 0,1 мг) или микровесы (способные взвешивать с точностью до 0,01 мг).

**5.3 Оборудование для определения содержания общего углерода**, посредством сжигания пробы при температуре не менее 900°С, включающее детектор для измерения образовавшегося диоксида углерода.

Примечания

3 Существуют следующие методы обнаружения: титриметрический, гравиметрический, кондуктомертичексий, газовая хроматография и метод инфракрасного обнаружения.

4 Некоторое современное оборудование способно определять отдельно органический и неорганический углерод за одну операцию, посредством постепенного увеличения температуры и непрерывного измерения углекислого газа.

5 Некоторые виды оборудования способны к синхронному определению общего азота и общего углерода в почвах.

**5.4 Тигли**, изготовленные из фарфора, кварца, серебра, жестяные или никелированные, различных размеров.

Примечание 6 – Жестяные и никелированные тигли не устойчивы к действию кислоты.

# 6 Лабораторная проба

В высушенных пробах почвы, предварительно обработанных в соответствии с ISO 11464, выделяют фракцию частиц менее 2 мм. Используют часть лабораторной пробы в целях определения содержания воды в соответствии с ISO 11465 и, если необходимо, содержание карбоната согласно ISO 10693.

# 7 Процедура

Проведение анализа состоит из определения:

а) содержания общего углерода, включающего углерод в виде карбоната; или

b) содержания органического углерода после удаления карбоната.

Примечание 7 – Содержание органического углерода может быть вычислено посредством определения содержания общего углерода и за вычетом углерода в виде карбонатов, которые могут быть определены в соответствии с ISO 10693.

**7.1 Калибровка оборудования**

Калибровка оборудования проводится в соответствии с руководством пользователя. Для калибровки или установления калибровочной кривой, следует использовать одно из веществ, приведенных в 4.2.

**7.2 Определение содержания общего углерода**

Количество части пробы для проведения анализа зависит от ожидаемого содержания общего углерода и используемого оборудования. Часть отобранной высушенной пробы *m*1, г, взвешивают в тигле.

Необходимо следить, чтобы анализ проводился в соответствии с инструкцией изготовителя оборудования.

До начала проведения определения содержания органического углерода необходимо удалить присутствующие карбонаты. Для этого необходимо выполнить процедуру, описанную в 7.3.

**7.3 Определение содержания органического углерода**

Добавляют в избытке соляную кислоту (4.3) в тигель, содержащий взвешенное количество высушенной пробы (см. 7.2) и перемешивают. Ожидают 4 часа и проводят высушивание тигля в течение 16 часов при температуре от 60 °С до 70 °С. Затем проводят анализ в соответствии с инструкцией изготовителя оборудования.

Примечание 8 – Количество внесенной соляной кислоты зависит от взвешенного количества пробы для анализа и от содержания карбонатов. Во всех случаях следует добавить избыток соляной кислоты, который можно рассчитать, предполагая, что количество анализируемой пробы состоит на 100 % из карбонатов.

**МЕРЫ БЕЗОПАСНОСТИ – Во избежание проблем при транспортировке тиглей с пробами, к которым добавлена соляная кислота, используемые тигли должны быть подходящего размера.**

# 8 Расчеты

Расчет содержания общего углерода в пробе, высушенной до постоянной массы, проводят по формуле:

$w\_{C,t}=1000∙\frac{m\_{2}}{m\_{1}}∙0,2727∙\frac{100+w\_{H\_{2}O}}{100}$,

где *w*C,t – содержание общего углерода в высушенной до постоянной массы пробе почвы, г/кг;

*m*1 – масса пробы для анализа, г;

*m*2 – масса высвобожденного пробой почвы диоксида углерода, г;

0,2727 – коэффициент пересчета CO2 в С;

$w\_{H\_{2}O}$ – значение содержания воды, выраженное как процентная концентрация по массе на сухое вещество, определенное в соответствии с ISO 11465.

**8.2 Содержание органического углерода**

**8.2.1 Содержание органического углерода (косвенное определение)**

Расчет содержания органического углерода в пробе, высушенной до постоянной массы, проводят по формуле:

*w*C,o = *w*C,t – (0,12 · $w\_{CaCO\_{3}}$) ,

где *w*C,o – содержание органического углерода в высушенной до постоянной массы пробе, г/кг;

*w*C,t – содержание общего углерода в высушенной до постоянной массы пробе, рассчитанное в соответствии с 8.1, г/кг;

0,12 – коэффициент пересчета;

$w\_{CaCO\_{3}}$ – содержание карбоната в почве, выраженное как эквивалентный карбонат кальция в высушенной до постоянной массы пробе, определенное в соответствии с ISO 10693, г/кг.

**8.2.2 Содержание органического углерода (прямое определение)**

Если карбонаты предварительно удалены (по процедуре, описанной в 7.3), содержание органического углерода определяют в соответствии с 8.1.

**8.3 Содержание органического вещества**

Содержание органического вещества в пробе почвы может быть рассчитано исходя из содержания органического углерода по формуле

*w*om = *f · w*C,o ,

где *w*om – содержание органического вещества в высушенной до постоянной массы пробе, г/кг;

*w*C,o – содержание органического углерода в высушенной до постоянной массы пробе, г/кг;

*f –* коэффициент пересчета.

Примечание 9 – Коэффициент пересчета зависит от вида органического вещества и, для сельскохозяйственных почв, может варьироваться от 1,7 до 2,0.

**9 Повторяемость**

Значение повторяемости при определении содержания углерода, полученное посредством проведения двух различных последовательных измерений, должно соответствовать условиям, приведенным в таблице 1.

Таблица 1 – Повторяемость

|  |  |
| --- | --- |
| Содержание углерода,г/кг | Допустимое отклонение |
| более | не менее |
| 0,0 | 2,5 | 0,25 г/кг абсолютное |
| 2,5 | 70 | 10 % относительное |
| 75 |  | 7,5 г/кг абсолютное |

Результаты межлабораторных испытаний по определению содержания общего и органического углерода в пяти пробах почвы приведены в приложении A.

**10 Протокол испытаний**

Протокол испытаний должен содержать следующую информацию:

a) ссылку на настоящий стандарт;

b) ссылку на используемый метод испытания;

с) всю информацию, необходимую для идентификации пробы;

d) результаты определения общего углерода и/или органического углерода, г/кг, рассчитанного в высушенной до постоянной массы пробе; в случае определения органического углерода, информацию об определении содержания карбоната или о том, что карбонаты были удалены до определения.

e) все подробности анализа, не установленные в настоящем стандарте или рассматриваемые как необязательные, вместе с подробностями любых факторов, которые могли оказать влияние на результаты анализа.

Приложение А
(справочное)

Результаты межлабораторных испытаний

Межлабораторные испытания были проведены в 1993 году Сельскохозяйственным Университетом Вагенингена, Нидерланды, в целях подтверждения методик, изложенных в настоящем стандарте.

В рамках указанных межлабораторных испытаний определение содержания органического и общего углерода в пяти пробах проводили 9 лабораторий. Результаты определения органического и общего углерода были получены от 8 лабораторий.

Виды почв, используемых в испытаниях, приведены в таблице А.1.

Значения повторяемости (*r*) и воспроизводимости (*R*) результатов анализа, полученных в лабораториях, представлены в таблицах А.2 и А.3.

Значения были рассчитаны в соответствии с ISO 5725-2:1994, *Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерения.*

Таблица А.1 – Типы почв, используемые в межлабораторных испытаниях и их происхождение

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| № почвы | Тип почвы | Происхождение |
| 1 | Гумусовая почва | Польша |
| 2 | Вулканическая почва | Индонезия |
| 3 | Садовая почва | Нидерланды |
| 4 | Лессовый грунт | Швейцария |
| 5 | Песчаный грунт | Мали |

Таблица A.2 – Результаты межлабораторных испытаний по определению содержания органического углерода в почве

|  |  |
| --- | --- |
| Параметр | Результаты |
| № почвы |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 |
| Количество лабораторий, оставшихся после устранения выбросов | 7 | 8 | 8 | 8 | 8 |
| Количество выбросов (лаборатории) | – | – | – | – | – |
| Количество принятых результатов | – | – | – | – | – |
| Среднее значение (г/кг высушенной почвы) | 410,42 | 63,3 | 83,88 | 41,537 | 2,47 |
| Стандартное отклонение повторяемости (*sr*) | 4,318 | 1,225 | 4,275 | 1,045 | 0,272 |
| Относительное отклонение повторяемости, % | 1,052 | 1,935 | 5,096 | 2,515 | 10,998 |
| Предел повторяемости (*r* = 2,8·*sr*) | 12,090 | 3,43 | 11,969 | 2,925 | 0,761 |
| Стандартное отклонение воспроизводимости (*sR*) | 127,413 | 11,957 | 19,376 | 5,523 | 1,555 |
| Относительное отклонение воспроизводимости, % | 11,087 | 18,888 | 23,098 | 13,297 | 62,92 |
| Предел воспроизводимости (*R* = 2,8·*sR*) | 45,505 | 33,48 | 54,253 | 15,465 | 4,355 |

Таблица A.3 – Результаты межлабораторных испытаний по определению содержания общего углерода в почве

|  |  |
| --- | --- |
| Параметр | Результаты |
| № почвы |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 |
| Количество лабораторий, оставшихся после устранения выбросов | 8 | 8 | 8 | 8 | 8 |
| Количество выбросов (лаборатории) | – | – | – | – | – |
| Количество принятых результатов | – | – | – | – | – |
| Среднее значение (г/кг высушенной почвы) | 439,46 | 72,86 | 98,56 | 45,61 | 2,63 |
| Стандартное отклонение повторяемости (*sr*) | 6,622 | 1,314 | 2,387 | 1,131 | 0,127 |
| Относительное отклонение повторяемости, % | 1,507 | 1,803 | 2,422 | 2,481 | 4,833 |
| Предел повторяемости (*r* = 2,8·*sr*) | 18,544 | 3,679 | 6,686 | 3,169 | 0,356 |
| Стандартное отклонение воспроизводимости (*sR*) | 25,246 | 5,92 | 9,483 | 2,387 | 1,391 |
| Относительное отклонение воспроизводимости, % | 5,744 | 8,124 | 9,620 | 5,234 | 52,751 |
| Предел воспроизводимости (*R* = 2,8·*sR*) | 70,69 | 16,577 | 26,552 | 6,685 | 3,895 |

# **Приложение ДА**(справочное)Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов межгосударственным стандартам

Таблица ДА.1

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| Обозначение ссылочного международного стандарта | Степень соответствия | Обозначение и наименование соответствующего межгосударственного стандарта |
| ISO 3696:1987 | – | \* |
| ISO 10390:1994 | – | \* |
| ISO 10693:1995 | – | \* |
| ISO 11464:1994 | IDT | ГОСТ ISO 11464-2015 «Качество почвы. Предварительная подготовка проб для физико-химического анализа» |
| ISO 11465:1993 | – | \* |
| \* Соответствующий межгосударственный стандарт отсутствует. До его принятия рекомендуется использовать перевод на русский язык данного международного стандарта.Примечание – В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандарта:- IDT – идентичный стандарт. |

Библиография

[1] NELSON, D. W. and SOMMERS, L. E. (1982) Total carbon, organic carbon and organic matter, Methods of Soil Analysis, Part 2 (second edition) Page et al. (eds), *Soil Sci. Soc. Amer.*, Madison, Wisconsin, USA, pp. 574-577.

|  |
| --- |
| УДК 631.42:006.354 МКС 13.080 IDTКлючевые слова: качество почв, определение содержания органического и общего углерода после сухого сжигания, методы испытаний |