ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 54221— 2010

Гуминовые препараты из бурых и окисленных каменных углей

МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2019

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным унитарным предприятием «Институт горючих ископаемых — Научно-технический центр по комплексной переработке твердых горючих ископаемых» (ФГУП «ИГИ»)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 179 «Твердое минеральное топливо»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 23 декабря 2010 г. № 1020-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

5 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Октябрь 2019 г.

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

© Стандартинформ, оформление, 2012, 2019

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 Приготовление пробы . . . 2
4 Метод определения содержания влаги в гуминовых препаратах . . . 2
5 Метод определения зольности в гуминовых препаратах . . . 2
6 Метод определения содержания углерода и водорода в гуминовых препаратах . . . 3
7 Метод определения содержания азота в гуминовых препаратах . . . 3
8 Метод определения содержания щелочи в гуминовых препаратах . . . 3
9 Метод определения растворимости гуминовых препаратов в воде . . . 5
10 Метод определения выхода свободных гуминовых кислот . . . 6
11 Метод определения биологической активности гуминовых препаратов (пример тестирования на семенах огурцов) . . . 8

Введение

Гуминовые препараты — это жидкие, пастообразные и твердые вещества природного происхождения, полученные из бурых и окисленных каменных углей с помощью щелочной обработки. Они обладают биологической, ионообменной и комплексообразующей активностью, их растворы могут использоваться в качестве флокулянтов и поверхностно-активных веществ. Свойства гуминовых препаратов зависят от структуры исходных углей, а также от способа получения. В состав гуминовых препаратов могут входить фульвокислоты, растворимые соли гуминовых кислот (гуматы натрия, калия, аммония), остаточный уголь, минеральная часть угля, минеральные добавки, щелочь.

Приведенные в настоящем стандарте методы испытания позволяют определить вещественный состав гуминовых препаратов и их свойства. Введение национального стандарта на методы испытания позволит объективно оценить качество гуминовых препаратов, полученных из углей для исследовательских целей, а также товарных продуктов, выпускаемых промышленностью, повысить их эффективность и конкурентоспособность.

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Гуминовые препараты из бурых и окисленных каменных углей

МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ

Humic substances from brown coals, lignites and oxidized coals. Test methods

Дата введения — 2012—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на гуминовые препараты (ГП), полученные из бурых и окисленных каменных углей для исследовательских целей, а также на товарные ГП, выпускаемые промышленностью: стимуляторы роста (гуматы), органоминеральные удобрения, углещелочные реагенты. Отдельные методы испытаний могут быть использованы в зависимости от назначения ГП для характеристики их качества.

Приведенные в настоящем стандарте методы испытаний позволяют определить вещественный состав гуминовых препаратов и их свойства.

Настоящий стандарт устанавливает следующие методы испытаний ГП:

- определение содержания влаги;
- определение зольности;
- определение содержания углерода и водорода;
- определение содержания азота;
- определение содержания щелочи;
- определение растворимости в воде;
- определение выхода свободных гуминовых кислот;
- пример определения биологической активности.

Примечание — В настоящем стандарте применены термины по ГОСТ 17070, а обозначения показателей — по ГОСТ 27313.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

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

ГОСТ 2184 Кислота серная техническая. Технические условия

ГОСТ 2408.1 (ИСО 625—96) Топливо твердое. Методы определения углерода и водорода

ГОСТ 3118 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4328 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 5556 Вата медицинская гигроскопическая. Технические условия

ГОСТ 6613 Сетки проволочные тканые с квадратными ячейками. Технические условия

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9147 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 9517 (ИСО 5073—85) Топливо твердое. Методы определения выхода гуминовых кислот

ГОСТ 10742 Угли бурые, каменные, антрацит, горючие сланцы и угольные брикеты. Методы отбора и подготовки проб для лабораторных испытаний

Издание официальное

ГОСТ 12026 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 12038 Семена сельскохозяйственных культур. Методы определения всхожести[1)]

ГОСТ 20490 Реактивы. Калий марганцовокислый. Технические условия

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

ГОСТ 27313 Топливо твердое минеральное. Обозначение показателей качества и формулы пересчета результатов анализа на различные состояния топлива

ГОСТ 28743 (ИСО 333—96) Топливо твердое минеральное. Методы определение азота

ГОСТ 33503—2015 (ISO 11722:2013, ISO 5068-2:2007) Топливо твердое минеральное. Методы определения влаги в аналитической пробе

ГОСТ Р 51568 (ИСО 3310-1—90) Сита лабораторные из металлической проволочной сетки. Технические условия

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

ГОСТ Р 55661 (ИСО 1171:2010) Топливо твердое минеральное. Определение зольности

ГОСТ Р 55878 Спирт этиловый технический гидролизный ректификованный. Технические условия

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 Приготовление пробы

3.1 Отбор и приготовление аналитических проб твердых ГП проводят по ГОСТ 10742.

Аналитическая проба должна быть измельчена до прохождения через сито (8.3.10) и доведена до воздушно-сухого состояния, которое характеризуется установлением равновесия между влажностью ГП и влажностью окружающей атмосферы. Для достижения воздушно-сухого состояния аналитическую пробу раскладывают тонким слоем и оставляют на воздухе при комнатной температуре на минимальное время, необходимое для того, чтобы масса пробы перестала изменяться. Количество пробы при проведении всех указанных в стандарте методов испытаний должно составлять ~ 20 г. До начала определения аналитическую пробу тщательно перемешивают не менее 1 мин, желательно механическим способом.

3.2 Для методов испытания, перечисленных ниже, в разделах 4—7, жидкие и пастообразные ГП помещают в фарфоровые чашки и выпаривают в сушильном шкафу при 80 °С — 90 °С в токе азота или на воздухе до твердого состояния. Затем готовят пробу согласно 3.1.

Все взвешивания проводят на весах (8.3.9) с пределом допускаемой погрешности ± 0,1 мг.

4 Метод определения содержания влаги в гуминовых препаратах

Содержание влаги в ГП определяют по ГОСТ 33503.

5 Метод определения зольности в гуминовых препаратах

Зольность ГП определяют по ГОСТ Р 55661.

[1)] В части семян эфиромасличных культур действует ГОСТ 30556—98 «Семена эфиромасличных культур. Методы определения всхожести».

6 Метод определения содержания углерода и водорода в гуминовых препаратах

Содержание углерода и водорода в ГП определяют по ГОСТ 2408.1.

7 Метод определения содержания азота в гуминовых препаратах

Содержание азота в ГП определяют по ГОСТ 28743.

8 Метод определения содержания щелочи в гуминовых препаратах

8.1 Сущность метода

Сущность метода заключается в получении из ГП разбавленных водных растворов гуматов, осаждении гуминовых кислот избытком серной кислоты при нагревании, отделении осадка фильтрованием и титровании избытка серной кислоты 0,5 н раствором гидроксида натрия в присутствии индикатора фенолфталеина.

Содержание щелочи в ГП рассчитывают по количеству гидроксида натрия, израсходованного при обратном титровании.

8.2 Реактивы

8.2.1 Натрия гидроксид по ГОСТ 4328, х. ч., 0,5 н водный раствор.

8.2.2 Кислота серная по ГОСТ 2184, х. ч., 0,5 н водный раствор.

8.3 Аппаратура

8.3.1 Шкаф сушильный, обеспечивающий устойчивую температуру нагрева (80 ± 5) °С.

8.3.2 Стаканы химические вместимостью 300 $см^3$ по ГОСТ 25336.

8.3.3 Пипетки вместимостью 100 $см^3$ по ГОСТ 1770.

8.3.4 Воронки стеклянные по ГОСТ 25336.

8.3.5 Колбы конические узкогорлые вместимостью 250 $см^3$ по ГОСТ 25336.

8.3.6 Колбы мерные вместимостью 500 $см^3$ по ГОСТ 1770.

8.3.7 Баня водяная.

8.3.8 Фильтры бумажные плотные (синяя лента).

8.3.9 Весы аналитические с пределом допустимой погрешности ± 0,1 мг по ГОСТ Р 53228.

8.3.10 Сита лабораторные по ГОСТ Р 51568 с номинальным размером ячеек 212 мкм. Допускается использовать сита с номером нормальной сетки 02 по ГОСТ 6613 (номинальный размер стороны ячейки в свету — 0,200 мм).

8.4 Проведение испытания

8.4.1 Определение содержания щелочи в твердых и пастообразных гуминовых препаратах

Пробу приготавливают по 3.1, определяют влагу по ГОСТ 33503—2015 (раздел 5) и зольность по ГОСТ Р 55661.

Для проведения анализа отбирают навеску ГП, равную в пересчете на сухую беззольную массу приблизительно 4 г. Навеску ГП взвешивают с пределом допустимой погрешности ± 0,1 мг и помещают в химический стакан, добавляют 50 $см^3$ дистиллированной воды, тщательно перемешивают, количественно переносят в мерную колбу объемом 500 $см^3$, добавляют 200 $см^3$ дистиллированной воды, еще раз перемешивают и затем раствор доводят дистиллированной водой до метки. Через 1 ч пипеткой отбирают 100 $см^3$ раствора и переносят в коническую колбу вместимостью 250 $см^3$. В случае неполного растворения ГП кончик пипетки при отборе раствора должен находиться на расстоянии ~ 2 см от поверхности осадка. В колбу с отобранным раствором добавляют 25 $см^3$ 0,5 н раствора серной кислоты (8.2.2). Смесь нагревают до 80 °С, а затем охлаждают до комнатной температуры. Осадок гуминовых кислот отфильтровывают и промывают на фильтре подогретой (40 °С — 50 °С) дистиллированной водой до исчезновения реакции на сульфат-ион (проба с хлористым барием).

Фильтрат титруют в присутствии индикатора фенолфталеина 0,5 н раствором гидроксида натрия (8.2.1). Параллельно проводят контрольное титрование 25 $см^3$ 0,5 н раствора серной кислоты (8.2.2) со 100 $см^3$ дистиллированной воды 0,5 н раствором гидроксида натрия (8.2.1).

8.4.2 Определение содержания щелочи в жидких гуминовых препаратах

200 $см^3$ жидкого ГП количественно переносят в мерную колбу объемом 500 $см^3$, добавляют 200 $см^3$ дистиллированной воды, перемешивают и затем раствор доводят дистиллированной водой до метки. Пипеткой

отбирают 100 см^3 раствора и переносят его в коническую колбу вместимостью 250 см^3, в которую добавляют 25 см^3 0,5 н раствора серной кислоты (8.2.2). Смесь нагревают до 80 °С, а затем охлаждают до комнатной температуры. Осадок гуминовых кислот отфильтровывают и промывают на фильтре подогретой (40 °С — 50 °С) дистиллированной водой до исчезновения реакции на сульфат-ион (проба с хлористым барием).

Фильтрат титруют в присутствии индикатора фенолфталеина 0,5 н раствором гидроксида натрия (8.2.1). Параллельно производят контрольное титрование 25 см^3 0,5 н раствора серной кислоты (8.2.2) со 100 см^3 дистиллированной воды 0,5 н раствором гидроксида натрия (8.2.1).

8.5 Обработка результатов

8.5.1 Массовую долю щелочи (X_{NaOH} и X_{KOH}) в твердых и пастообразных ГП в процентах вычисляют по формулам:

$$X_{NaOH} = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 0{,}02 \cdot 100 \cdot 5}{m} \text{ (для гидроксида натрия);} \quad (1)$$

$$X_{KOH} = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 0{,}028 \cdot 100 \cdot 5}{m} \text{ (для гидроксида калия),} \quad (2)$$

где V_1 — объем точно 0,5 н раствора гидроксида натрия, израсходованного на контрольное титрование, см^3;

V_2 — объем точно 0,5 н раствора гидроксида натрия, израсходованного на титрование фильтрата, см^3;

0,02 — масса гидроксида натрия, соответствующая 1 см^3 точно 0,5 н раствора серной кислоты, г/см^3;

0,028 — масса гидроксида калия, соответствующая 1 см^3 точно 0,5 н раствора серной кислоты, г/см^3;

5 — коэффициент, учитывающий разбавление;

m — масса навески ГП в пересчете на сухое вещество, г, вычисленная по формуле

$$m = \frac{m_1 (100 - W^a)}{100}, \quad (3)$$

где m_1 — масса навески ГП, взятая для анализа, г;

W^a — массовая доля влаги аналитической, определяемая по ГОСТ 33503—2015 (раздел 6), %.

8.5.2 Концентрацию щелочи (Y_{NaOH}, Y_{KOH} и Y_{NH_4OH}) в жидких ГП, выраженную в г/дм^3, вычисляют по формулам:

$$X_{NaOH} = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 0{,}02 \cdot 1000 \cdot 5}{V} \text{ (для гидроксида натрия),} \quad (4)$$

$$X_{KOH} = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 0{,}028 \cdot 1000 \cdot 5}{V} \text{ (для гидроксида калия),} \quad (5)$$

$$X_{NH_4OH} = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 0{,}018 \cdot 1000 \cdot 5}{V} \text{ (для гидроксида аммония),} \quad (6)$$

где V_1 — объем точно 0,5 н раствора гидроксида натрия, израсходованного на контрольное титрование, см^3;

V_2 — объем точно 0,5 н раствора гидроксида натрия, израсходованного на титрование фильтрата, см^3;

V — объем жидкого ГП, взятый для анализа, см^3;

0,02 — масса гидроксида натрия, соответствующая 1 см^3 точно 0,5 н раствора серной кислоты, г/см^3,

0,028 — масса гидроксида калия, соответствующая 1 см^3 точно 0,5 н раствора серной кислоты, г/см^3;

0,018 — масса гидроксида аммония, соответствующая 1 см^3 точно 0,5 н раствора серной кислоты, г/см^3;

5 — коэффициент, учитывающий разбавление.

8.6 Повторяемость

Результаты двух параллельных определений, полученные в одной лаборатории одним исполнителем с использованием одной и той же аппаратуры на представительных навесках, взятых из одной и той же пробы, не должны различаться более чем на величину, приведенную в таблице 1.

Таблица 1 — Максимально допускаемые расхождения между результатами

Массовая доля щелочи, % массовая	Повторяемость, % абсолютная
До 1 ≥ 1	0,10 0,15

9 Метод определения растворимости гуминовых препаратов в воде

9.1 Сущность метода

Сущность метода заключается в растворении навески ГП в воде при нагревании на водяной бане при 80 °С в течение 2 ч, фильтровании и определении массы нерастворившегося остатка. Растворимость ГП рассчитывают по потере массы навески ГП на сухое состояние.

9.2 Аппаратура

9.2.1 Шкаф сушильный, обеспечивающий устойчивую температуру нагрева (80 ± 5) °С.

9.2.2 Пипетки вместимостью 100 см^3 по ГОСТ 1770.

9.2.3 Воронки стеклянные по ГОСТ 25336.

9.2.4 Колбы конические узкогорлые вместимостью 250 см^3 по ГОСТ 25336.

9.2.5 Баня водяная.

9.2.6 Фильтры бумажные плотные (с синей лентой).

9.2.7 Весы аналитические с пределом допускаемой погрешности ± 0,1 мг по ГОСТ Р 53228.

9.2.8 Стаканчики для взвешивания с крышками (бюксы) низкой формы из стекла по ГОСТ 25336. Допускается использовать стаканчики для взвешивания из коррозионно-стойкого металла с хорошо подогнанными крышками. Размеры бюксов должны быть такими, чтобы слой ГП не превышал 0,2 г/см^2. При навеске топлива 1 г диаметр бюкса составляет не менее 4 см. Условное обозначение: СН-45/13 по ГОСТ 25336.

При подготовке к испытанию бюксы с крышками должны быть вымыты, пронумерованы, высушены до постоянной массы при 105 °С — 110 °С и взвешены. Бюксы должны храниться в эксикаторе с осушающим веществом. Перед каждым взятием навески масса бюкса уточняется.

9.2.9 Эксикатор по ГОСТ 25336 с осушающим веществом для хранения бюксов.

Для охлаждения бюксов разрешается использовать эксикатор без осушающего вещества, снабженный металлической пластиной, предпочтительно алюминиевой или медной.

9.3 Проведение испытания

Для определения растворимости твердых и пастообразных ГП берут навеску ГП массой около 0,1 г в пересчете на сухое вещество. Навеску ГП помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3, приливают 100 см^3 дистиллированной воды и нагревают в течение 2 ч на водяной бане при температуре не более 80 °С.

Содержимое колбы фильтруют через предварительно взвешенный фильтр и промывают остаток водой до нейтральной реакции. Затем фильтр с осадком помещают в бюкс, предварительно высушенный при 100 °С и взвешенный. Бюкс с фильтром и осадком помещают в сушильный шкаф и при температуре не более 80 °С сушат до постоянной массы.

Контрольные просушивания проводят до тех пор, пока разность массы при двух последовательных взвешиваниях будет не более 0,002 г. Учитывая массу бюкса и фильтра, определяют массу осадка.

9.4 Обработка результатов

Растворимость в воде твердых ГП S, % (по массе), определяют по формуле

$$S = \frac{m - m_2}{m} \cdot 100, \qquad (7)$$

где m — масса навески ГП в пересчете на сухое вещество, вычисленная по формуле (3);

m_2 — масса осадка, г.

9.5 Повторяемость

Результаты двух параллельных определений, полученные в одной лаборатории одним исполнителем с использованием одной и той же аппаратуры на представительных навесках, взятых из одной и той же пробы, не должны различаться более чем на величину, приведенную в таблице 2.

Таблица 2 — Максимально допускаемые расхождения между результатами

Растворимость ГП, % (по массе)	Повторяемость, % абсолютная
До 40	1
≥ 40	2

10 Метод определения выхода свободных гуминовых кислот

10.1 Сущность метода

Сущность метода определения выхода свободных гуминовых кислот в соответствии с ГОСТ 9517 заключается: для твердых и пастообразных ГП — в растворении в воде аналитической пробы ГП при нагревании, последующем осаждении гуминовых кислот избытком соляной кислоты и определении массы полученного осадка; для жидких ГП — в осаждении гуминовых кислот избытком соляной кислоты и определении массы полученного осадка.

10.2 Реактивы

10.2.1 Натрия гидроксид по ГОСТ 4328, х. ч., 1%-ный водный раствор.

10.2.2 Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч., 5%-ный раствор.

10.3 Аппаратура

10.3.1 Центрифуга лабораторная с частотой вращения не менее 2000 мин$^{-1}$.

10.3.2 Муфельная печь, обеспечивающая устойчивую температуру нагрева (600 ± 15) °С.

10.3.3 Шкаф сушильный, обеспечивающий устойчивую температуру нагрева (80 ± 5) °С.

10.3.4 Эксикатор по ГОСТ 25336 с гранулированным безводным хлоридом кальция в качестве осушителя.

10.3.5 Стаканы химические вместимостью 300—500 см^3 по ГОСТ 25336.

10.3.6 Пипетки вместимостью 100 см^3 по ГОСТ 1770.

10.3.7 Воронки стеклянные по ГОСТ 25336.

10.3.8 Бюксы по ГОСТ 25336.

10.3.9 Колбы конические узкогорлые вместимостью 250 см^3 по ГОСТ 25336.

10.3.10 Колбы мерные вместимостью 100, 250 и 1000 см^3 по ГОСТ 1770.

10.3.11 Баня водяная.

10.3.12 Тигли фарфоровые по ГОСТ 9147.

10.3.13 Фильтры бумажные беззольные плотные (с синей лентой).

10.3.14 Весы аналитические с пределом допускаемой погрешности ± 0,2 мг по ГОСТ Р 53228.

10.4 Определение выхода свободных гуминовых кислот в твердых и пастообразных гуминовых препаратах

10.4.1 Подготовка к анализу

Пробу приготавливают по 3.1. Содержание влаги и зольность определяют, как указано в разделах 4 и 5.

10.4.2 Экстракция гуминовых кислот

Для проведения анализа берут навеску пробы массой около 1 г в пересчете на сухую беззольную массу. Навеску ГП помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3, приливают 100 см^3 дистиллированной воды и нагревают в течение 2 ч на водяной бане с температурой не более 80 °С. После охлаждения содержимое колбы центрифугируют в течение 15 мин при частоте вращения 2000 мин$^{-1}$. Раствор декантируют, нерастворившийся остаток промывают два раза ~100 см^3 дистиллированной воды, центрифугируя содержимое после каждого промывания, декантируя раствор и собирая основной экстракт и промывные воды в один приемник. Экстракция гуминовых кислот должна быть закончена в течение 7 ч.

10.4.3 Осаждение гуминовых кислот

Общий экстракт фильтруют и измеряют объем полученного фильтрата *V*. После этого из фильтрата пипеткой отбирают 100 см^3 раствора, помещают его в химический стакан и добавляют 60 см^3 раствора соляной кислоты (10.2.2) для осаждения гуминовых кислот. Образовавшийся осадок гуминовых кислот отделяют от раствора фильтрованием через предварительно взвешенный сухой беззольный фильтр и промывают его водой до нейтральной реакции. Затем фильтр с осадком помещают в бюкс, предварительно высушенный при 80 °С и взвешенный. Бюкс с фильтром и осадком помещают в сушильный шкаф и при температуре не более 80 °С сушат до постоянной массы.

Контрольные просушивания проводят до тех пор, пока разность массы при двух последовательных взвешиваниях будет не более 0,001 г.

Учитывая массу бюкса и фильтра, вычисляют массу высушенных гуминовых кислот m_1.

10.4.4 Озоление гуминовых кислот

Высушенный осадок с фильтром переносят в предварительно прокаленный и взвешенный до постоянной массы тигель (10.3.12). Тигель помещают в муфельную печь и озоляют содержимое при температуре (600 ± 15) °С в течение 2 ч. После озоления тигель охлаждают сначала на воздухе в течение 5 мин, а затем в эксикаторе до комнатной температуры и взвешивают.

Контрольные прокаливания проводят при той же температуре в течение 15 мин до тех пор, пока разность масс при двух последовательных взвешиваниях будет не более 0,001 г.

10.5 Определение выхода свободных гуминовых кислот в жидких гуминовых препаратах

Из жидкого ГП пипеткой отбирают 100 см^3 раствора, помещают его в химический стакан. Далее анализ проводят согласно 10.4.3, 10.4.4.

10.6 Обработка результатов анализа

10.6.1 Выход свободных гуминовых кислот $(НА)_f^{daf}$ из твердых и пастообразных ГП, выраженный в процентах, вычисляют по формуле

$$(НА)_f^{daf} = \frac{(m_1 - m_2)\cdot V \cdot 100}{V_1 m_3}, \qquad (6)$$

где m_1 — масса высушенных гуминовых кислот, г;

m_2 — масса зольного остатка гуминовых кислот, г;

V — общий объем экстракта гуминовых кислот из навески ГП, см^3;

V_1 — объем экстракта, отобранный для осаждения гуминовых кислот, равный 100 см^3;

m_3 — масса навески ГП в пересчете на сухое беззольное состояние, г, вычисленная по формуле

$$m_3 = \frac{m_4\left[100 - \left(W^a + A^a\right)\right]}{100}, \qquad (8)$$

где m_4 — масса навески ГП, взятая для анализа, г;

W^a — массовая доля влаги в аналитической пробе ГП, %;

A^a — зольность аналитической пробы ГП, %.

10.6.2 Вычисление результатов определения выхода гуминовых кислот в пересчете на сухое беззольное состояние проводят по ГОСТ 27313 с точностью до первого десятичного знака.

10.7 Повторяемость

Результаты двух параллельных определений, полученные в одной лаборатории одним исполнителем с использованием одной и той же аппаратуры на представительных навесках, взятых из одной и той же пробы, не должны различаться более чем на величину, приведенную в таблице 3.

Таблица 3 — Максимально допускаемые расхождения между результатами

Выход свободных гуминовых кислот, %	Повторяемость, %
До 25	1,0
Свыше 25 до 50	2,0
≥ 50	5,0

При расхождении, превышающем указанную величину, производят третье определение и за окончательный результат определения принимают среднеарифметическое значение двух результатов, расхождение между которыми находится в пределах допускаемого.

Если результат третьего определения находится в пределах допускаемого расхождения по отношению к результатам каждого из двух предыдущих, то за окончательный результат принимают среднеарифметическое значение результатов трех определений.

11 Метод определения биологической активности гуминовых препаратов (пример тестирования на семенах огурцов)

11.1 Сущность метода

Сущность метода заключается в определении увеличения всхожести сельскохозяйственных культур (семян огурцов), длины стеблей и корней, а также массы растений под действием ГП (0,01 % или 0,005 % водный раствор) по сравнению с контрольным опытом (водный раствор). Увеличение указанных показателей отражает биологическую активность ГП.

11.2 Реактивы

11.2.1 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.
11.2.2 Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, раствор 1%-ный водный.
11.2.3 Спирт этиловый 95%-ный по ГОСТ Р 55878.

11.3 Аппаратура

11.3.1 Термостат обогреваемый с диапазоном температур от 20 °С до 40 °С.
11.3.2 Весы лабораторные по ГОСТ Р 53228 с пределом допускаемой погрешности ± 0,1 мг.
11.3.3 Чашки Петри.
11.3.4 Вата гигроскопическая по ГОСТ 5556.
11.3.5 Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

11.4 Приготовление пробы

Отбор проб семян сельскохозяйственной культуры проводят по ГОСТ 12038. Из пробы семян огурцов, представленной для определения всхожести, выделяют 70 калиброванных семян (35 семян — для холостого опыта и 35 семян — для опыта с раствором ГП).

11.5 Подготовка к анализу

11.5.1 Термостат моют горячей водой с моющими средствами и дезинфицируют раствором марганцовокислого калия (11.2.2) или спиртом (11.2.3). В рабочую камеру термостата ставят поддон с водой.

11.5.2 Чашки Петри моют горячей водой с моющими средствами, ополаскивают раствором марганцовокислого калия (11.2.2), а затем водой.

Допускается стерилизовать чашки Петри в сушильном шкафу при температуре 130 °С в течение 1 ч или кипячением в воде в течение 40 мин.

11.6 Проведение испытания

11.6.1 Семена проращивают в условиях, предусмотренных ГОСТ 12038.

11.6.2 В термостате поддерживают установленную температуру, которую проверяют три раза в день: утром, в середине дня и вечером. Допускается отклонение температуры не более ± 2 °С.

11.6.3 Проверяют состояние увлажненности ложа ежедневно, при необходмости смачивают его водой комнатной температуры, не допуская переувлажнения.

11.6.4 При проращивании семян на свету необходимо обеспечить их освещенность не менее 8 ч в сутки.

11.6.5 Необходимо обеспечивать постоянную вентиляцию в термостате. Ежедневно на несколько секунд следует приоткрывать крышки чашек Петри.

11.6.6 Оценку и учет проросших семян при определении всхожести проводят в сроки в соответствии с ГОСТ 12038. День закладки семян на проращивание и день подсчета всхожести считают за одни сутки.

Если все семена проросли раньше установленного срока, то окончательный срок учета всхожести может быть сокращен, а при недостаточном развитии проростков продлен до 3 сут, что должно быть отмечено в протоколе испытаний.

11.6.7 К всхожим семенам относят нормально проросшие.

11.6.8 При учете всхожести отдельно подсчитывают нормально проросшие, набухшие, твердые, загнившие и ненормально проросшие семена.

11.6.9 К числу нормально проросших семян относят семена, имеющие хорошо развитые корешки (или главный зародышевый корешок), имеющие здоровый вид первичные листочки.

11.7 Определение биологической активности гуминовых препаратов

На дно чашки Петри помещают двойную прокладку фильтровальной бумаги, которую смачивают 10 см^3 раствора ГП в дистиллированной воде (0,01 % или 0,005 %). В контрольном опыте фильтровальную бумагу смачивают таким же объемом дистиллированной воды. В чашки высевают по семь семян огурцов, предварительно обработанных слабым раствором перманганата калия в течение 30 мин. Чашки Петри с семенами помещают в темноте в термостат и выдерживают в течение 3 сут при 29,5 °С, а затем еще 6 сут на свету при комнатной температуре. Через 9 сут от начала опыта производят определение всхожести семян, а также измерения длины стеблей, корней и массы растений. Расчеты изменения показателей проводят в процентах к контрольным всходам, повторность пятикратная.

11.8 Обработка результатов

11.8.1 Увеличение всхожести семян под действием ГП, $\Delta Б_{ГП}$, %, вычисляют по формуле

$$\Delta Б_{ГП} = Б_{ГП} - Б_{К}, \quad (10)$$

где $Б_{ГП}$ — всхожесть семян под действием ГП, %, вычисленная по формуле

$$Б_{ГП} = \frac{(N - X) \cdot 100}{N}, \quad (11)$$

где N — общее число семян в чашках Петри под действием ГП (равно 35);

X — число семян в чашках Петри под действием ГП, которые не проросли в условиях испытания;

$Б_{К}$ — всхожесть семян в контрольных опытах, %, вычисленная по формуле

$$Б_{ГП} = \frac{(N_1 - X_1) \cdot 100}{N_1}, \quad (12)$$

где N_1 — общее число семян в чашках Петри в контрольных опытах (равно 35);

X_1 — число семян в чашках Петри в контрольных опытах, которые не проросли в условиях испытания.

11.8.2 Биологическую активность ГП, определяемую по увеличению массы проростков, Ба(м), вычисляют по формуле

$$Ба(м) = \frac{(м - м_1) \cdot 100}{м_1}, \quad (13)$$

где м — среднее значение массы проростков под действием ГП;

$м_1$ — среднее значение массы проростков в контрольных опытах.

11.8.3 Биологическую активность ГП, определяемую по увеличению длины стеблей, Ба(с), вычисляют по формуле

$$Ба(с) = \frac{(l - l_1) \cdot 100}{l_1}, \quad (14)$$

где l — среднее значение длины стеблей проростков под действием ГП;

l_1 — среднее значение длины стеблей проростков в контрольных опытах.

11.8.4 Биологическую активность ГП, определяемую по увеличению длины корней, Ба(к), вычисляют по формуле

$$Ба(к) = \frac{(l_2 - l_3) \cdot 100}{l_3}, \quad (15)$$

где l_2 — среднее значение длины корней проростков под действием ГП;

l_3 — среднее значение длины корней проростков в контрольных опытах.

11.8.5 Вычисление значений показателей, характеризующих биологическую активность ГП, проводят с точностью до первого десятичного знака.

За результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов определений всех проанализированных проб, если отклонения результатов анализа отдельных проб от среднеарифметического значения не превышают указанные в таблице 4.

При отклонении результата от среднеарифметического значения, превышающем указанную величину, данный результат не учитывают.

Таблица 4 — Максимально допускаемые отклонения показателей, характеризующих биологическую активность ГП

Показатели	Допускаемые отклонения показателей, характеризующих биологическую активность ГП, от среднеарифметического значения, %
Всхожесть семян, $\Delta Б_{III}$	2
Биологическая активность ГП по увеличению массы проростков, Ба(м)	3
Биологическая активность ГП по увеличению длины стеблей, Ба(с)	3
Биологическая активность ГП по увеличению длины корней, Ба(к)	3

УДК 662.6:543.812:006.354 ОКС 75.160.10

Ключевые слова: гуминовые препараты, гуминовые кислоты, гуматы, бурый уголь, окисленный каменный уголь, вещественный состав, содержание щелочи, влага, зольность, растворимость, биологическая активность

Редактор *Е.И. Мосур*
Технические редакторы *В.Н. Прусакова, И.Е. Черепкова*
Корректор *Е.Р. Ароян*
Компьютерная верстка *А.В. Софейчук*

Сдано в набор 07.10.2019. Подписано в печать 27.11.2019. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,30.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ИД «Юриспруденция», 115419, Москва, ул. Орджоникидзе, 11.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

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

gost.e-ecolog.ru