ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 58586— 2019

ОТБОР И ПОДГОТОВКА ПОЧВЕННЫХ ПРОБ ДЛЯ ИЗОТОПНОГО АНАЛИЗА

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2019

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным бюджетным научным учреждением «Всероссийский научно-исследовательский институт агрохимии имени Д.Н. Прянишникова» (ФГБНУ «ВНИИ агрохимии»)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 025 «Качество почв, грунтов и органических удобрений»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 9 октября 2019 г. № 926-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

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

© Стандартинформ, оформление, 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

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ОТБОР И ПОДГОТОВКА ПОЧВЕННЫХ ПРОБ ДЛЯ ИЗОТОПНОГО АНАЛИЗА

Sampling and preparation of soil samples for isotopic analysis

Дата введения — 2020—01—01

1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт устанавливает методы отбора и подготовки проб почв сельскохозяйственных угодий при проведении агрохимических обследований и агроэкологических изысканий (далее почвы).

1.2 Настоящий стандарт устанавливает общие требования по подготовке почвенных проб к валовому анализу отношений стабильных изотопов легких газообразующих элементов: $^{13}C/^{12}C$, $^{15}N/^{14}N$, $^{18}O/^{16}O$, $^{17}O/^{16}O$, $^{2}H/^{1}H$, $^{34}S/^{32}S$.

1.3 Настоящий стандарт включает в себя этапы, обеспечивающие гомогенизацию и перевод первичных проб в состояние, пригодное для их длительного хранения без существенного изменения отношений стабильных изотопов легких газообразующих элементов: $^{13}C/^{12}C$, $^{15}N/^{14}N$, $^{18}O/^{16}O$,$^{17}O/^{16}O$, $^{2}H/^{1}H$, $^{34}S/^{32}S$.

1.4 Настоящий стандарт не распространяется на тундровые, глеевые, арктические, мерзлотно-таежные и орошаемые почвы; почвы карбонатных типов и подтипов согласно [1] и почвы, содержащие сульфат-ионы более чем 0,02 % и/или гидрокарбонат-ионы более 0,06 % от массы абсолютно сухой почвы.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на стандарты:

ГОСТ 12.1.004 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 17.4.3.01 Охрана природы. Почвы. Общие требования к отбору проб

ГОСТ 17.4.4.02 Охрана природы. Почвы. Методы отбора и подготовки проб для химического, бактериологического, гельминтологического анализа

ГОСТ 892 Калька бумажная. Технические условия

ГОСТ 1341 Пергамент растительный. Технические условия

ГОСТ 3251 Клеенка подкладная резинотканевая. Технические условия

ГОСТ 8273 Бумага оберточная. Технические условия

ГОСТ 9147 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 10141 Мельницы стержневые и шаровые. Общие технические требования

ГОСТ 12302 Пакеты из полимерных пленок и комбинированных материалов. Общие технические условия

ГОСТ 12536 Грунты. Методы лабораторного определения гранулометрического (зернового) и микроагрегатного состава

ГОСТ 19596 Лопаты. Технические условия

ГОСТ 23707 Инструмент мелкий для обработки почвы. Технические условия

ГОСТ 26640 (СТ СЭВ 4472—84) Земли. Термины и определения

ГОСТ 27593 Почвы. Термины и определения

ГОСТ 28168 Почвы. Отбор проб

ГОСТ 30090 Мешки и мешочные ткани. Общие технические условия

Издание официальное

ГОСТ 31828 Аппараты и установки сушильные и выпарные

ГОСТ 33781 Упаковка потребительская из картона, бумаги и комбинированных материалов. Общие технические условия

ГОСТ Р 12.1.019 Система стандартов безопасности труда (ССБТ). Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

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

ГОСТ Р 52361 Контроль объекта аналитический. Термины и определения

ГОСТ Р 53091 (ИСО 10381-3:2001) Качество почвы. Отбор проб. Часть 3. Руководство по безопасности

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

ГОСТ Р 56157 Почва. Методики (методы) анализа состава и свойств проб почв. Общие требования к разработке

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

3 Термины и определения

3.1 В настоящем стандарте применены термины по ГОСТ 28168, ГОСТ 27593, ГОСТ 12536, ГОСТ 17.4.3.01, ГОСТ Р 53091 (ИСО 10381-3:2001), ГОСТ Р 56157, ГОСТ 26640 (СТ СЭВ 4472—84), ГОСТ Р 52361, ГОСТ 17.4.4.02, а также следующие термины с соответствующими определениями:

3.1.1 **отбор точечных проб:** Отделение части слоя почвы с целью формирования пробы для последующего анализа.

3.1.2 **точечная (единичная) проба:** Проба определенного объема, взятая однократно из одного почвенного слоя.

3.1.3 **объединенная проба:** Проба, полученная тщательным перемешиванием нескольких точечных проб одинакового объема, характеризующая почвенный слой элементарного участка в целом.

3.1.4 **средняя проба:** Усредненная объединенная проба.

3.1.5 **представительная проба**: Высушенная измельченная средняя проба усредненная из объединенной пробы.

3.1.6 **лабораторная проба:** Проба, приготовленная из представительной пробы и предназначенная для проведения лабораторного анализа.

3.1.7 **контрольная проба:** Часть представительной пробы, хранящаяся в лаборатории, проводящей исследования, предназначенная для повторного анализа при возникновении споров по результатам проведенного испытания.

3.1.8 **квартование:** Прием механического усреднения пробы, при котором пробу после тщательного перемешивания располагают на клеенке, либо пленке, либо бумаге в виде квадрата и делят диагоналями на четыре равновеликие части. Две противоположные части берут для составления следующей пробы.

3.1.9 **репрезентативная площадка:** Репрезентативная часть элементарного участка, предназначенная для отбора точечных проб.

3.1.10 **элементарный участок:** Участок поля, в составе которого могут быть выделены репрезентативные площадки, характеризуется однородными почвенными условиями. Одному элементарному участку соответствует одна объединенная проба почвы.

3.1.11 **однородный элементарный участок:** Элементарный участок, не менее 80 % площади которого имеет одинаковое значение признака, выбранного для выделения элементарного участка на поле.

3.1.12 **неоднородный элементарный участок:** Элементарный участок, менее 80 % площади которого имеет одинаковое значение признака, выбранного для выделения элементарного участка на поле.

3.1.13 **поле:** Участок сельскохозяйственных угодий, который был разбит согласно системе земледелия при внутрихозяйственном землеустройстве и предназначен для выращивания на нем продукции растениеводства.

3.1.14 **периодичность отбора проб:** Определяемая целью обследования или изыскания хронологическая организация (частота и время) повторяющихся через определенные интервалы времени отборов проб на сельскохозяйственном угодье.

3.1.15 **картографическая основа:** План землепользования хозяйства с нанесенными на него элементами внутрихозяйственного землеустройства и границами полей.

3.1.16 **план отбора проб:** Документ, содержащий информацию о положении точечных проб, их количестве (численности) и методах отбора.

3.1.17 **метод конверта:** Метод, при котором из точек контролируемой репрезентативной площадки берут 5 почвенных проб. При этом точки должны быть расположены так, чтобы мысленно соединенные прямыми линиями, давали рисунок запечатанного конверта.

3.1.18 **итоговая изотопная картограмма:** Схематическое трехмерное отображение, на котором дано пространственное размещение площадей почв с разным отношением стабильных изотопов легких газообразующих элементов и другими агрохимическими и агроэкологическими показателями.

3.1.19 **этикетка:** Печатный материал, прикладываемый к объединенной пробе и содержащий информацию об условиях ее отбора.

3.1.20 **сельскохозяйственные культуры:** Растения, используемые в сельскохозяйственном производстве.

3.1.21 **сельскохозяйственные угодья:** Земельное угодье, систематически используемое для получения сельскохозяйственной продукции.

4 Оборудование, реактивы, материалы

Весы неавтоматического действия с пределом допустимой погрешности взвешивания ± 50 мг по ГОСТ 53228.

Ручной почвенный пробоотборник (бур) с захватом объема почвы не менее 75 г либо автоматический почвенный пробоотборник (типа RoboProb, производитель ООО НТЦ «РобоПРОБ» (РФ)) или аналогичный.

Лопаты по ГОСТ 19596.

Ножи почвенные по ГОСТ 23707.

Мешки по ГОСТ 30090.

Картонные коробки по ГОСТ 33781.

Бумага по ГОСТ 8273.

Сушильный шкаф по ГОСТ 31828.

Пергамент растительный по ГОСТ 1341.

Клеенка по ГОСТ 3251.

Калька бумажная по ГОСТ 892.

Пакеты по ГОСТ 12302.

Пинцеты медицинские по ГОСТ 21241 или аналогичные.

Ступки и пестики фарфоровые разных размеров по ГОСТ 9147.

Мельницы шаровые по ГОСТ 10141.

Сита лабораторные из металлической проволочной сетки с размером ячеек 1 мм и 250 мкм по ГОСТ Р 51568.

5 Общие требования

5.1 Цель отбора проб — получение представительной (репрезентативной) пробы почвы, позволяющей получить информацию об отношениях стабильных изотопов в почвах участка, представленного соответствующей объединенной пробой.

5.2 Отбор проб для определения изотопного состава почвы осуществляют отдельно от проб, предназначенных для контроля других показателей продукции.

5.3 Пробы отбирают с делением по профилю на почвенные слои толщиной 5 см каждый в зависимости от целей исследования: на глубину обрабатываемого слоя (пахотного горизонта), корнеобитаемого слоя, на глубину заделки удобрений или на глубину до 1 м.

5.4 Не объединяют точечные пробы, отобранные со склонов разных экспозиций, уклонов, отличающихся более, чем на 1° и отобранные из разных почвенных слоев.

5.5 Отбор почвенных проб следует проводить в условиях отсутствия снежного покрова, атмосферных осадков и при температуре почвы не ниже +5 °С.

5.6 Пробы отбирают из почвенных слоев с таким расчетом, чтобы в каждом случае проба представляла собой часть почвы, типичной для слоев данного типа почвы.

5.7 Отбор проб при агрохимическом и агроэкологическом обследовании почв проводят на полях, незанятых сельскохозяйственными культурами, в послеуборочный или предпосевной (предпосадочный) период до внесения агрохимикатов и химических мелиорантов.

5.8 При проведении отбора проб формируют план отбора с использованием картографической основы.

5.9 Масштаб картографической основы должен соответствовать масштабу почвенных карт обследуемых сельскохозяйственных угодий

5.10 Для привязки точек отбора проб и нанесения границ элементарных участков и пробных площадок при азимутной привязке картографическая основа должна содержать опорные точки. Допустимо вместо азимутной привязки использование спутниковых систем глобального позиционирования ГЛОНАСС, GPS и оборудования для пробоотбора, оснащенного приемниками сигналов соответствующих спутниковых систем.

5.11 На картографической основе выделяют однородные элементарные участки на основе значений признака, оказывающего влияние на отношения стабильных изотопов в почве. Признак выбирают в зависимости от цели агрохимического обследования или агроэкологического изыскания. К таким признакам относят: рельеф (форма поверхности, крутизна, экспозиция, характер и размер расчленяющих элементов, положение элементов в ландшафте), тип пути фотосинтеза последней выращиваемой культуры (С-3, С-4 или САМ), использование в течение последнего года системы удобрения включавшей только минеральные или только органические удобрения, а также использование биологически активных препаратов микробиологического происхождения, содержащих в своем составе микроорганизмы. При определении градаций по каждому признаку исходят из его ожидаемого влияния на отношения стабильных изотопов почвы и индикационной роли для выделения элементарных участков.

5.12 При однородности почвенного покрова поля по выбранному признаку за элементарный участок принимают все поле.

Каждому элементарному участку присваивают уникальный номер.

5.13 Форма элементарного участка по возможности должна быть приближена к прямоугольной с отношением сторон не более 1:2.

5.14 На каждом элементарном участке площадью 0,5—20,0 га выделяют не менее 1 репрезентативной площадки размером не более 10 × 10 м.

5.15 Пять точек отбора единичных проб на репрезентативной площадке намечают методом конверта по углам площадки и в ее центре.

5.16 Если уклон поверхности на элементарном участке превышает 8, или участок расположен в границах водораздельного пространства, или на аллювиальных почвах, то отбор точечных проб на репрезентативных площадках проводят по методу удвоенного конверта.

5.17 Недопустимо отбирать точечные пробы вблизи дорог, ближе, чем 10 метров от мест открытого хранения органических и минеральных удобрений, мелиорантов.

5.18 Периодичность агрохимического обследования и агроэкологических изысканий почв для целей выявления отношений стабильных изотопов дифференцируют в различных природно-сельскохозяйственных зонах Российской Федерации в зависимости от мелиоративного состояния сельскохозяйственных угодий и системы сельскохозяйственного производства.

5.19 Используемое оборудование не должно изменять отношения стабильных изотопов легких газообразующих элементов в составе проб. Если использование определенного оборудования и/или материалов не допускается при предварительной подготовке проб для конкретного физико-химического анализа, то это должно быть указано в соответствующих стандартах на методы анализа.

5.20 Требования безопасности при работе с электрооборудованием по ГОСТ Р 12.1.019; требования пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004.

6 Отбор проб для изотопного анализа

6.1 Подготовка к отбору почв

6.1.1 Формируют план отбора проб.

6.1.2 На картографической основе выделяют элементарные участки, отмечают положения пробных площадок и точек отбора проб.

6.1.3 Положения пробных площадок и точек отбора проб переносят в натуру с помощью азимутной привязки или спутниковых систем глобального позиционирования.

6.2 Отбор проб

6.2.1 Точечные пробы отбирают вручную (бур, лопата) или автоматическим почвенным пробоотборником. На уплотненных почвах допустим отбор точечных проб лопатой. В случае необходимости используют почвенный нож.

6.2.2 Из точечных проб, отобранных из одного почвенного слоя одной репрезентативной площадки, составляют объединенную пробу. В случае если в пределах элементарного участка выделено более одной репрезентативной площадки, объединенная проба будет представлять собой сумму всех точечных проб из одного почвенного слоя со всех репрезентативных площадок.

6.2.3 В случае обнаружения на элементарном участке выраженных понижений (блюдцеобразные западины, русла временных водотоков) с каждого из этих элементов рельефа отбирают отдельную объединенную пробу почвы.

6.2.4 Масса объединенной пробы должна составлять 400—1200 г.

6.2.5 Объединенные пробы помещают в мешки или коробки, вместе с этикеткой, оформленной в соответствии с приложением А.

6.2.6 Отобранные в течение дня объединенные пробы подсушивают в раскрытых мешках или коробках в сухом проветриваемом помещении.

6.2.7 Каждую объединенную пробу почвы сокращают до средней пробы массой 80—150 г методом квартования.

6.2.8 В хозяйстве составляют сопроводительную ведомость в двух экземплярах в соответствии с приложением Б и отправляют средние пробы в лабораторию. Один экземпляр ведомости прилагают к пробам, второй — остается у специалиста, проводящего агрохимическое обследование или агроэкологическое изыскание.

7 Подготовка проб для изотопного анализа

7.1 Для анализа отношений стабильных изотопов среднюю пробу почвы в лаборатории рассыпают на бумаге или кальке и разминают пестиком крупные комки. Пробы почвы высушивают на воздухе или в сушильном шкафу при температуре, не превышающей 40 °С. При необходимости, пробу почвы дробят, когда она еще сырая и рыхлая, и затем еще раз после сушки. Затем выбирают пинцетом включения — корни растений, растительные остатки, насекомых, камни, а также новообразования — друзы гипса, известковые журавчики и т. д.

7.2 Среднюю пробу методом квартования сокращают до представительной пробы массой 20—30 г.

7.3 Почву растирают в ступке пестиком и просеивают через сито с диаметром отверстий 1 мм. Непросеянный остаток измельчают повторно до полного прохождения через сито.

7.4 Основное измельчение представительной пробы осуществляют с использованием шаровой мельницы или фарфоровых ступки с пестиком.

7.5 После основного измельчения пробу пропускают через сито из металлической проволочной сетки с отверстиями 250 мкм. Непросеянный остаток измельчают повторно до полного прохождения через сито.

7.6 Представительную пробу после основного измельчения делят на лабораторную и контрольную пробы массой каждая 10—15 г, которые хранят раздельно в герметичных пластиковых пакетах с застежкой при температуре не выше 20 °С в недоступном прямым солнечным лучам помещении.

Приложение А
(обязательное)

Этикетка для передачи пробы в лабораторию

№ пробы	
Тип пробы	
Глубина отбора пробы, см	
Сельскохозяйственная культура, выращивавшаяся последней перед отбором пробы	
№ элементарного участка	
№ поля	
Хозяйство	
Район	
Область	
Дата и время отбора пробы	
Наименование организации, осуществлявшей отбор проб	
ФИО исполнителя	

Примечания: _____

_____

_____

Приложение Б
(обязательное)

Сопроводительная ведомость отбора почвенных проб

Почвенные пробы в количестве _____штук отобраны_____

_____

наименование хозяйства

в период с _____ по _____

специалистом _____

ФИО

Дата отправки проб _____

№ пп.	Вид тары (перечисляют каждый ящик и мешок)	Число проб	Номера проб	Примечание

Обозначение настоящего стандарта _____

Личная подпись/Расшифровка подписи _____

Библиография

[1] Шишов Л.Л. и др. Классификация и диагностика почв России. — Смоленск: Ойкумена, 2004. — 343 с.

УДК 631.42.05: 543.51

ОКС 13.080
71.040.50

Ключевые слова: отбор проб, подготовка проб, стабильные изотопы, анализ отношений стабильных изотопов

БЗ 10—2019/37

Редактор *Г.Н. Симонова*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 16.10.2019. Подписано в печать 24.10.2019. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,12.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

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

gost.e-ecolog.ru