МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ ISO 10694— 2024

КАЧЕСТВО ПОЧВЫ

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

(ISO 10694:1995, IDT)

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2024

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

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 5 стандарта, который выполнен АО «ВНИИС»

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 31 мая 2024 г. № 173-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	ЗАО «Национальный орган по стандартизации и метрологии» Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Узбекистан	UZ	Узбекское агентство по техническому регулированию

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 12 июля 2024 г. № 918-ст межгосударственный стандарт ГОСТ ISO 10694—2024 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2025 г.

5 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

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

7 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
© Оформление. ФГБУ «Институт стандартизации», 2024

В Российской Федерации 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

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

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 — 2025—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 в воздушно-сухом состоянии.

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[1)], 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[2)], 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 (CO_2) посредством нагревания почвы как минимум до 900 °C в потоке кислородосодержащего газа, свободного от диоксида углерода.

Количество высвобождаемого диоксида углерода затем измеряют с применением титриметрического, гравиметрического, кондуктометрического методов, метода газовой хроматографии или метода

[1)] Заменен на ISO 10390:2021. Однако для однозначного соблюдения требования настоящего стандарта, выраженного в датированной ссылке, рекомендуется использовать только указанное в этой ссылке издание.

[2)] Заменен на ISO 11464:2006. Однако для однозначного соблюдения требования настоящего стандарта, выраженного в датированной ссылке, рекомендуется использовать только указанное в этой ссылке издание.

Издание официальное

ИК-спектрометрии, в зависимости от используемого оборудования. При нагревании почвы до температуры как минимум 900 °С 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 его присутствие.

Примечание 1 — Когда pH $CaCl_2$ менее 6,5, наличие карбонатов маловероятно. Например, при низком pH присутствие карбонатов возможно только в известковых почвах.

4 Реактивы

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

4.1 Вода с электропроводностью не выше чем 0,2 мСм/м[1)] при 25 °С (соответствует 2 уровню воды по ISO 3696).

4.2 Калибровочные вещества, например, ацетанилид (C_8H_9NO), атропин ($C_{17}H_{23}NO_3$), карбонат кальция ($CaCO_3$), спектрографический графитовый порошок (С) и гидрофталат калия ($C_8H_5KO_4$).

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

Разведите 340 мл концентрированной соляной кислоты (ρ = 1,19 г/мл) до 1000 мл водой (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, кондуктометрический, газовая хроматография и ИК-спектрометрия.

4 Некоторые современные приборы позволяют определять органический и неорганический углерод отдельно за один аналитический прогон путем постепенного повышения температуры и непрерывного измерения содержания диоксида углерода.

5 Некоторые приборы способны одновременно определять содержание 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 неустойчивы к действию кислоты.

6 Лабораторная проба

В воздушно-сухих пробах почвы, предварительно обработанных в соответствии с ISO 11464, выделяют фракцию частиц менее 2 мм. Часть лабораторной пробы используют в целях определения содержания воды в соответствии с ISO 11465 и, если необходимо, содержания карбоната согласно ISO 10693.

[1)] Ошибка оригинала. Следует читать 0,1 мСм/м.

7 Проведение анализа

Проведение анализа состоит из определения:

a) 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

Масса навески пробы для 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 следует удалить присутствующие карбонаты. Для этого необходимо выполнить процедуру, описанную в 7.3.

7.3 Определение содержания органического углерода

В тигель с навеской воздушно-сухой пробы (см. 7.2) добавляют в избытке соляную кислоту (4.3) и перемешивают. Ожидают 4 ч и проводят высушивание тигля в течение 16 ч при температуре от 60 °C до 70 °C[1)]. Затем проводят анализ в соответствии с инструкцией изготовителя оборудования.

Примечание 8 — Количество внесенной соляной кислоты зависит от массы навески 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

8.1 Содержание общего углерода

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

$$w_{C,t} = 1000 \cdot \frac{m_2}{m_1} \cdot 0{,}2727 \cdot \frac{100 + w_{H_2O}}{100},$$

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 CO_2 в C;

w_{H_2O} — массовое отношение влаги в пересчете на сухое вещество, определенное в соответствии с ISO 11465, %.

[1)] Высушивание может быть проведено, например, с использованием сушильного шкафа.

8.2 Содержание органического углерода

8.2.1 Содержание органического углерода (косвенное определение)

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

$$w_{C,o} = w_{C,t} - (0{,}12 \cdot w_{CaCO_3}),$$

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 высушенной до постоянной массы пробе, выраженное в эквиваленте карбоната кальция, 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

$$w_{om} = f \cdot w_{C,o},$$

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[1)].

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 А.

[1)] Коэффициент пересчета зависит от процента содержания углерода в гуминовой кислоте разных почв и варьируется в указанных пределах. При пересчете органического углерода на гумус часто используется коэффициент 1,724, введенный Шпренгелем (Shprengel, 1837) из расчета, что гуминовая кислота содержит 58 % углерода.

10 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать следующую информацию:

a) ссылку на настоящий стандарт;

b) ссылку на используемый метод испытания;

c) 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 девять лабораторий. Результаты определения органического и общего углерода были получены от восьми 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[1)], *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

Номер 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 А.2 — Результаты межлабораторных испытаний по определению содержания органического углерода в почве

Параметр	Результаты				
	Номер 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 (s_r)	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 ($r = 2{,}8 \cdot s_r$)	12,090	3,43	11,969	2,925	0,761
Стандартное отклонение воспроизводимости (s_R)	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 ($R = 2{,}8 \cdot s_R$)	45,505	33,48	54,253	15,465	4,355

[1)] Заменен на ISO 5725-2:2019. Однако для однозначного соблюдения требования настоящего стандарта, выраженного в датированной ссылке, рекомендуется использовать только указанное в этой ссылке издание.

Таблица А.3 — Результаты межлабораторных испытаний по определению содержания общего углерода в почве

Параметр	Результаты				
	Номер 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 (s_r)	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 ($r = 2,8 \cdot s_r$)	18,544	3,679	6,686	3,169	0,356
Стандартное отклонение воспроизводимости (s_R)	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 ($R = 2,8 \cdot s_R$)	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	—	ГОСТ ISO 3696—2013 «Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы контроля»[1)]
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	—	*, 2)

* 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.

1) В Российской Федерации действует ГОСТ Р 52501—2005 (ИСО 3696:1987) «Вода для лабораторного анализа. Технические условия».

2) В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 11465—2011 «Качество почвы. Определение массовой доли сухого вещества и массового отношения влаги гравиметрическим методом».

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 IDT

Ключевые слова: почвы, качество почв, химический анализ почв, определение содержания углерода, метод сжигания

Редактор *З.А. Лиманская*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 15.07.2024. Подписано в печать 24.07.2024. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,49.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении в ФГБУ «Институт стандартизации» для комплектования Федерального информационного фонда стандартов, 117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru