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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

**ГОСТ
ISO 16720—
2018**

КАЧЕСТВО ПОЧВЫ

Предварительная обработка образцов методом сублимационной сушки для последующего анализа

(ISO 16720:2005, IDT)

Издание официальное

**Москва
Стандартинформ
2018**

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены в ГОСТ 1.0—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Акционерным обществом «Всероссийский научно-исследовательский институт сертификации» (АО «ВНИИС») 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 30 апреля 2018 г. № 108-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	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 29 мая 2018 г. № 290-ст межгосударственный стандарт ГОСТ ISO 16720—2018 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2019 г.

5 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 16720:2005 «Качество почвы. Предварительная обработка образцов методом сублимационной сушки для последующего анализа» («Soil quality — Pretreatment of samples by freeze-drying for subsequent analysis», IDT).

Международный стандарт разработан Подкомитетом ISO TC 190/SC 3 «Химические методы и характеристики почвы» Технического комитета по стандартизации ISO/TC 190 «Качество почв» 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

*Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «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

© ISO, 2005 — Все права сохраняются
© Стандартинформ, оформление, 2018

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

Предварительная обработка образцов методом сублимационной сушки для последующего анализа

Soil quality. Pretreatment of samples by freeze-drying for subsequent analysis

Дата введения — 2019—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод проведения предварительной обработки образцов почвы с помощью сублимационной сушки для последующего анализа.

Требования настоящего стандарта применимы к образцам почвы для последующего определения входящих в ее состав элементов или органических соединений, находящихся в нелетучем состоянии в условиях сублимационной сушки. Настоящий стандарт также применим к образцам шламов и осадков сточных вод.

Настоящий метод может быть использован для определения содержания сухого вещества (или влажности) для образцов с высоким содержанием влаги.

2 Нормативные ссылки

Для применения настоящего стандарта необходимы следующие ссылочные нормативные документы. Для датированных ссылок применяют только указанное издание ссылочного документа, для недатированных ссылок — последнее издание ссылочного документа (включая все его изменения).

ISO 11464 Soil quality — Pretreatment of samples for physico-chemical analysis (Качество почвы. Предварительная обработка проб для физико-химического анализа)

ISO 11465 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 Сущность метода и общие требования

Перед проведением сублимационной сушки образцы должны быть охлаждены до температуры ниже минус 40 °С.

Во время сублимационной сушки вода удаляется из образца в условиях вакуума прямым преобразованием льда в пар (сублимация), который собирается в конденсаторе, где освобождает свою тепловую энергию и возвращается в состояние льда. Для обычного режима проведения анализа температура в конденсаторе должна быть ниже минус 50 °С.

Когда контейнер с замороженными образцами соединен с внешним входным коллектором (см. 5.1.2), тепловая энергия берется из воздуха лаборатории. При использовании сушильного шкафа, оборудованного терморегулируемым носителями (см. 5.1.1), энергия обеспечивается посредством нагрева носителя.

Условия вакуума должны способствовать генерации давления насыщенного пара, необходимого для сублимации и непрерывного вакуумирования водяного пара из образца. Во время сушки давление внутри устройства и температура образца (образцов) не должны допускать размораживание образца и

Издание официальное

потерю любых компонентов. Для нелетучих соединений подходит конечная температура образца от минус 20 °С до минус 25 °С. Для более изменчивых соединений подходят другие конечные температуры.

Для тонкослойных образцов необходимы соответствующие условия сублимационной сушки. Вне зависимости от вида контейнера толщина образца не должна превышать 2 см. Если толщина представительной пробы превышает толщину 2 см, может быть применена многократная сушка. Количество анализируемого образца зависит от представительной пробы, содержания сухого вещества и числа последующих определений. Контейнеры для образцов при проведении сублимационной сушки выбирают соответственно.

Примечание — Образцы почвы зачастую должны быть высушены перед анализом. В случае очень влажных или глинистых почв, техника сублимационной сушки по сравнению с сушкой в сушильном шкафу при температуре менее 40 °С, в соответствии с ISO 11465, имеет преимущество из-за более быстрого процесса протекания сушки, а также получения высушенного образца, который более легко поддается измельчению.

4 Взаимодействия

Вещества могут улетучиваться во время процесса сублимационной сушки, а также могут частично высвобождаться в ледяной конденсат или присутствовать в вакуумном насосе в виде выделившегося газа. Потеря определяемых соединений из-за улетучивания напрямую влияет на окончательный результат. В то время как потеря массы относится исключительно к содержанию сухого вещества и не играет значительной роли.

Примечание — Например, аммиачный азот улетучивается во время сублимационной сушки шламов, интенсивность потери зависит от содержания сухого вещества. Поэтому определение содержания аммиачного азота не следует проводить после сублимационной сушки для жидких шламов, при этом не значительно изменится содержание сухого вещества.

В заключение процесса сублимационной сушки образцы становятся порошковидными, поэтому вихревые движения, вызванные работой вакуумного насоса, могут вовлечь в него небольшие твердые частицы. С целью устранения потерь образцы должны быть защищены с помощью проволочной сетки.

При достижении необходимого уровня высушивания, обеспечивающего надлежащую степень обработки, размола и гомогенизации образцов, определение остаточного содержания влаги проводится сразу после высушивания.

Для стандартного определения сухого вещества или содержания влаги после сублимационной сушки необходимо провести высушивание при температуре 105 °С в соответствии с ISO 11465.

5 Оборудование

5.1 Оборудование для сублимационной сушки, состоящее из сушилки (5.1.1 или 5.1.2), соединенной с конденсационной камерой (конденсатором), вакуумной системой, системой охлаждения и соответствующей системой контроля.

5.1.1 Термоизолированная сушильная камера, оснащенная терморегулируемыми носителями.

Температура образцов, измеренная введенными датчиками, контролируется, посредством нагрева или охлаждения носителей во время сублимационной сушки. Обычно образцы могут быть заморожены в носителях до начала проведения сушки.

5.1.2 Внешний входной коллектор, к которому присоединены контейнеры с замороженными образцами (обычно колбы, но некоторые аппараты позволяют использование кювет вместо колб).

Тепловая энергия поставляется посредством взаимодействия с атмосферой лаборатории.

5.2 Контейнер для образцов, подходящий для сублимационной сушки, кюветы или колбы, формы и размеры которых зависят от выбранного или доступного типа оборудования, а также от количества образцов.

5.3 Холодильная установка для предварительного охлаждения образцов, если это возможно, со средствами быстрого контактного замораживания, с минимальной температурой минус 35 °С, а также оборудованная средствами защиты от взрыва.

При работе с оборудованием необходимо следовать инструкциям производителя.

5.4 Оборудование для предварительного охлаждения с системой вращения и охлаждающей ванной, содержащей этанол при температуре минус 40 °С.

При работе с оборудованием необходимо следовать инструкциям производителя.

5.5 Подходящие контейнеры для хранения материала, прошедшего сублимационную сушку, например, склянки из темного стекла.

6 Проведение обработки

6.1 Предварительное охлаждение образцов

Перемещают образцы, отобранные из представительной пробы, в подходящие контейнеры (см. 5.2). Толщина слоя в контейнере не должна превышать 2 см. Если толщина слоя представительной пробы превышает 2 см, применяется многократная сушка.

Примечание — Слои толщиной менее 2 см способствуют увеличению скорости процессов заморозки и высушивания.

Перемещают контейнер с образцом в холодильную установку (см. 5.3) или в сушильную камеру (см. 5.1.1), при этом необходимо соблюдать горизонтальное положение. Если необходимо, помещают температурный датчик в образец (см. 5.1.1). Следуют инструкции производителя по применению устройств для сублимационной сушки. Для оборудования, работающего с использованием колб (см. 5.1.2), толщина слоя на стене фляги должна быть максимально тонкой. Рекомендуется использовать систему вращения (см. 5.4).

При необходимости определения содержания сухого вещества, взвешивают пустой контейнер и записывают массу (m_1). Затем взвешивают контейнер с образцом и записывают массу (m_2) (см. 6.5).

6.2 Сублимационная сушка

При использовании устройства по 5.1.1, дают сушильной камере охладиться (в случае отсутствия предварительного охлаждения).

Предварительно охлаждают конденсатор в соответствии с инструкциями производителя.

Используя устройство по 5.1.1, помещают кювету(ы) с замороженным образцом(ами) на носитель(и) сушильной камеры. При необходимости присоединяют датчик(и) температуры. Плотно закрывают дверь камеры. Начинают нагревание и регулируют температуру носителей в соответствии с инструкциями производителя, так, чтобы образец(ы) не начал(и) таять.

При использовании устройства по 5.1.2 соединяют колбу(ы) с входным коллектором, включают вакуумный насос и ждут момента стабилизации вакуума и значения величины давления от 37 Па до 63 Па, следя чтобы образец(ы) не начал(и) таять.

Примечание — Давление величиной 37 Па соответствует значению температуры обледенения приблизительно минус 30 °С. Давление величиной 63 Па соответствует температуре обледенения приблизительно минус 25 °С.

6.3 Окончание процесса высушивания

Определение окончания процесса высушивания крайне важно. Единовременная обработка нескольких различных образцов увеличивает трудоемкость процесса.

Для определения конца процесса высушивания используют следующие критерии:

Определить конец процесса высушивания можно используя следующие критерии:

- особые указания производителя;
- рост давления минимален, или отсутствует какое-либо изменение величины давления.

Примечание — Давление не увеличивается в сравнении с пустой системой, когда весь лед был осажден из пара;

- конечная температура конденсатора приближается к своему минимальному значению и остается неизменной (в течение 2 ч, к примеру);
- температура высушенного продукта начинает повышаться к значению температуры окружающей среды (см. 5.1.2) или к значению максимальной температуры определенной для носителей (см. 5.1.1) (см. раздел 3).

После сублимационной сушки, осторожно открывают соответствующий клапан, чтобы вернуть в сушильной камере атмосферное давление, останавливают работу вакуумного насоса и системы охлаждения конденсатора.

6.4 Обработка и подготовка высушенных образцов

Поскольку в результате сублимационной сушки возможно выделение частиц пыли, при подготовке образца должны быть соблюдены гигиенические требования.

Если необходимо определить содержание сухого вещества (массовой доли), взвешивают контейнер с высушенным образцом и записывают его массу (m_3) (см. 6.5).

Для определения неорганических веществ до проведения анализа готовят образец в соответствии с требованиями ISO 11464. Для определения органических веществ, просеивают образец до получения размера частиц 2 мм.

В целях дальнейшей аналитической обработки перемещают подготовленный образец в контейнер (см. 5.5).

В зависимости от уровня высушивания, высушенный образец может иметь гигроскопические свойства, а также поглощать атмосферную воду.

В таком случае необходимы специальные меры, поскольку остаточное содержание влаги сразу после сублимационной сушки (m_3) может иметь значение, существенно отличающееся от значения содержания влаги после размола и просеивания образца. После взвешивания замороженного высушенного образца, берут часть представительной пробы и определяют остаточное содержание воды в соответствии с требованиями ISO 11465. Повторяют это определение на подготовленном образце, записывают различия между двумя значениями для их возможного использования, при необходимости, в расчетах результатов последующих анализов.

6.5 Определение содержания сухого вещества

Образец, полученный после сублимационной сушки, должен рассматриваться как частично обезвоженный образец.

Содержание «частично обезвоженного» сухого вещества w_{pd}, %, вычисляют по формуле

$$w_{pd} = \frac{(m_3 - m_1) \cdot f}{(m_2 - m_1)}, \quad (1)$$

где m_1 — масса пустого контейнера, г;

m_2 — масса контейнера с образцом до высушивания, г;

m_3 — масса контейнера с образцом после высушивания, г;

f — коэффициент пересчета; f = 100 %.

Чтобы выразить результат относительно образца, высушенного при температуре 105 °C, остаточное содержание влаги (w_r) будет определяться в подготовленном образце (см. 6.4) в соответствии с требованиями ISO 11465.

Содержание сухого вещества w_{dm}, %, вычисляют по формуле

$$w_{dm} = \frac{(m_3 - m_1) \cdot f}{(m_2 - m_1)} \cdot \frac{f}{w_r + f}, \quad (2)$$

где w_r — остаточное содержание влаги, %.

Если возможна повторная абсорбция воды, выполняют процедуру по 6.4.

7 Протокол анализа

Протокол анализа может быть подготовлен в процессе проведения соответствующего анализа или отдельно, и должен содержать, как минимум, следующее:

a) ссылку на настоящий стандарт;

b) информацию о полной идентификации образца;

c) детали о любой другой выполненной предварительной подготовке образцов;

d) любые детали, не определенные в настоящем стандарте, в том числе являющиеся незначительными, а также любые факторы, которые могли повлиять на результаты.

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 11464	IDT	ГОСТ ISO 11464—2015 «Качество почвы. Предварительная подготовка проб для физико-химического анализа»
ISO 11465	—	*

* Соответствующий межгосударственный стандарт отсутствует. До его принятия рекомендуется использовать перевод на русский язык международного стандарта.

Примечание — В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандартов:

- IDT — идентичный стандарт.

УДК 631.4:543.05:006.354 МКС 13.080.10 IDT

Ключевые слова: качество почвы, сублимационная сушка, предварительная обработка образцов почвы

БЗ 6—2018/52

Редактор *Л.В. Коретникова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 30.05.2018. Подписано в печать 04.06.2018. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,74.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» для комплектования Федерального информационного фонда стандартов, 123001 Москва, Гранатный пер., 4.

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

gost.e-ecolog.ru