
ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ



НАЦИОНАЛЬНЫЙ
СТАНДАРТ
РОССИЙСКОЙ
ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р ИСО
23909—
2013

КАЧЕСТВО ПОЧВЫ

Подготовка лабораторных проб из больших проб

ISO 23909:2008
Soil quality – Preparation of laboratory samples from large samples
(IDT)

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2014

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН Открытым акционерным обществом «Всероссийский научно-исследовательский институт сертификации» на основе собственного аутентичного перевода на русский язык стандарта, указанного в пункте 4

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 25 «Качество почв, грунтов и органических удобрений»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 27 июня 2013 г. № 200-ст

4 Настоящий стандарт является идентичным международному стандарту ИСО 23909:2008 «Качество почвы. Подготовка лабораторных проб из больших проб» (ISO 23909:2008 «Soil quality – Preparation of laboratory samples from large samples»).

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

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

6 Некоторые элементы настоящего стандарта могут являться объектом патентных прав

Правила применения настоящего стандарта установлены в ГОСТ Р 1.0—2012 (раздел 8). 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 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.ru)

© Стандартиформ, 2014

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

II

Введение

Существующие международные стандарты на предварительную подготовку проб (стандарты ИСО 11464, 14507 и 16720) основаны на использовании лабораторной пробы массой около 1 кг. Такая проба считается репрезентативной, если максимальный размер частиц составляет 8 мм (в соответствии с таблицей А.1 приложения А). Представительность пробы также зависит от таких факторов как адекватная стратегия пробоотбора. Вышеуказанные международные стандарты описывают методы смешивания и деления проб, а также уменьшения размера частиц для получения репрезентативной пробы для анализа. Для летучих веществ методика отбора пробы для анализа приведена в стандарте ИСО 14507. Другие методы предварительной подготовки проб будут приводить к существенной потере загрязнителя.

Настоящий стандарт связывает пробы, отобранные в соответствии со стандартом ИСО 10381-8 и другими методами получения больших проб с международными стандартами по предварительной подготовке проб ИСО 11464, ИСО 14507 и ИСО 16720. Настоящий стандарт предназначен для проб массой до 25 кг, но он в принципе также применим для значительно больших проб.

Международный стандарт ISO 23909 подготовлен Техническим комитетом ISO/TC 190 «Качество почвы», Подкомитетом SC 3 «Химические методы и характеристики почвы».

КАЧЕСТВО ПОЧВЫ

Подготовка лабораторных проб из больших проб

Soil quality.

Preparation of laboratory samples from large samples

Дата введения — 2014—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод приготовления лабораторных проб из больших проб. В соответствии с ИСО 11464 и ИСО 14507 рассматриваются следующие анализы для определения:

- физико-химических параметров;
- среднелетучих органических загрязнителей;
- нелетучих загрязнителей.

Настоящий стандарт неприменим в случаях анализа летучих органических соединений.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте применяют следующие ссылочные документы. Для датированных ссылок применяют только указанное издание. Для недатированных ссылок применяют последнее издание приведенного документа (включая все изменения):

ИСО 10381-8:2006 Качество почвы. Отбор образцов. Часть 8. Руководство по отбору образцов из отвалов (ISO 10381-8:2006, Soil quality – Sampling – Part 8: Guidance on sampling of stockpiles)

ИСО 11464 Качество почвы. Предварительная подготовка образцов для физико-химического анализа (ISO 11464, Soil quality – Pretreatment of samples for physico-chemical analysis)

ИСО 14507:2003 Качество почвы. Подготовка образцов к определению содержания органических загрязняющих веществ (ISO 14507:2003, Soil quality – Pretreatment of samples for determination of organic contaminants)

ИСО 16720 Качество почвы. Предварительная обработка образцов методом сублимационной сушки для последующего анализа (ISO 16720, Soil quality – Pretreatment of samples by freeze-drying for subsequent analysis)

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **аналитическая проба** (analytical sample): Проба, приготовленная из лабораторной пробы, из которой отбираются навески для испытания или анализа [3].

3.2 **лабораторная проба** (laboratory sample): Проба, предназначенная для лабораторного исследования или испытания.

3.3 **среднелетучие соединения** (moderately volatile compounds): Сумма среднелетучих и летучих неорганических соединений (например, ртуть, мышьяк, кадмий, таллий), которые могут быть потеряны в ходе подготовки пробы (например, нагревания).

3.4 **среднелетучие органические соединения** (moderately volatile organic compounds): Органические соединения с точкой кипения выше 300 °С (при давлении 101 кПа) (см. ИСО 14507:2003).

Примечание – Это определение включает минеральные масла, большинство полициклических ароматических углеводородов (ПАУ) (см. [4]), полихлорбифенилы (ПХБ) (см. [2]), хлорорганические пестициды (см. [2]).

3.5 проба (sample): Подвыборка из популяции, состоящая из одной или нескольких единиц пробоотбора [1].

Примечание – Могут использоваться различные способы случайного или неслучайного отбора проб. Совокупность данных, полученных смещенными методами пробоотбора, которые неизбежны во многих случаях (например, в генетике человека, при отборе семей, имеющих детей с аномалиями развития), также является пробой. При выборочном обследовании единицы пробоотбора часто отбираются с вероятностью, пропорциональной размеру известной переменной, вызывающей смещение пробы.

3.6 деление пробы (sample division): Этап пробоподготовки сыпучего материала, включающий разделение материала такими методами как рифление, механическое деление, квартование с сохранением одной или нескольких выделенных частей [2].

3.7 субпроба (subsample): Отобранная часть пробы [2].

Примечание – Субпроба может быть отобрана тем же методом, который был использован при отборе исходной пробы, но не обязательно.

3.8 летучие органические соединения (volatile organic compounds): Органические соединения с точкой кипения менее 300 °С (при давлении 101 кПа) (см. ИСО 14507:2003).

Примечание – Это определение включает летучие ароматические и галогенозамещенные углеводороды в соответствии с определением, данным в [5], например, некоторые моно- и дихлорфенолы и нафталин.

4 Принцип

Лабораторную пробу готовят из большой пробы, отобранной в поле, методом ручного или механического деления. Максимальный размер частиц определяет минимальную массу субпроб и, при необходимости, степень уменьшения размера частиц.

5 Оборудование

В большинстве методов предварительной подготовки проб существует риск того, что конечная концентрация компонентов субпроб(ы) будет отличаться от состава исходных точечных или смешанных проб. Это может быть связано с природой материала или методом, выбранным для деления пробы. Основным потенциальным источником значительных изменений в составе проб является процесс уменьшения размера частиц, поэтому эта процедура может проводиться только в полностью оборудованной лаборатории пробоподготовки. Тем не менее, деление пробы также может приводить к существенным изменениям в составе материала, если соответствующие меры предосторожности отсутствуют или недостаточны. Это может быть потеря влаги или летучих компонентов вследствие испарения или потеря мелких частиц, унесенных потоком воздуха. В случае уменьшения размера частиц состав пробы может также подвергаться изменению вследствие загрязнения пробы частицами истирающих инструментов и окисления обнаженных поверхностей.

Поэтому предпочтительно выбирать такой метод предварительной подготовки проб, который оказывает минимальное воздействие на целостность пробы, особенно с учетом последующих требований к материалу пробы. Описание оборудования, используемого в настоящем международном стандарте, приведено в ИСО 11464 и 10381-8.

6 Методика

6.1 Общие положения

В зависимости от максимального размера почвенных агрегатов необходимо отобрать минимальное количество материала пробы, представительное для данного места пробоотбора. Методика описана в приложении А (модификация методики, приведенной в ИСО 10381-8). Согласно методике, описанной в ИСО 10831-8, в лабораторию могут присылаться пробы массой в несколько килограммов. Для получения пробы требуемого размера, представительной для анализа, необходимо смешать и разделить пробу, а также уменьшить размер частиц в пробе, потому что методы анализа обычно основаны на использовании пробы для испытаний массой от 1 г или меньше до 50 г. Кроме больших проб, отобранных в связи с максимальным размером частиц отбираемого материала, боль-

шие пробы могут быть отобраны при использовании стратегии пробоотбора, включающей получение смешанной пробы из большого числа точечных проб.

6.2 Методы деления проб

В соответствии с ИСО 11464 и 14507, рассматриваются следующие анализы:

- определение физико-химических параметров;
- определение среднелетучих органических загрязнителей.

Если необходимо определять летучие компоненты, предварительная подготовка проб всегда может привести к существенной потере этих компонентов. В этих случаях предварительную подготовку проб следует исключить и отбирать отдельные пробы для определения летучих компонентов. Эти пробы должны быть герметически упакованы сразу после отбора, охлаждены и проанализированы как можно скорее.

Место для предварительной подготовки проб должно быть выбрано, приспособлено и очищено от всех материалов, которые могут повлиять на чистоту (суб)проб(ы). Предварительная подготовка проб должна проводиться с использованием выбранной методики.

Удаляют частицы, не влияющие на результаты анализа, взвешивают их и описывают. Если максимальный размер частиц в лабораторной пробе слишком велик, можно использовать камнедробилку или иное дробильное оборудование для уменьшения максимального размера частиц перед дальнейшим измельчением до размера 2 мм. Прямое измельчение частиц до размера менее 2 мм допустимо только в том случае, если оно не влияет на результаты анализа. Выделение теплоты на этой стадии может приводить к потере среднелетучих органических загрязнителей.

Если невозможно уменьшить максимальный размер частиц до необходимой величины с использованием одного из описанных методов, этот факт должен быть отражен в протоколе испытаний с указанием, что было невозможно получить представительную субпробу и результаты должны считаться ориентировочными.

Используют одну из следующих методик для получения пробы массой 1 кг:

- квартование;
- рифление;
- делитель Тайлера;
- вращающийся делитель.

Примечание – Эти методики также описаны в ИСО 10381-8.

Далее обрабатывают полученную лабораторную пробу в соответствии с ИСО 11464, 14507 или 16720.

Оборудование не должно загрязнять пробу веществами, которые подлежат анализу.

Подсушка пробы может потребоваться для достижения лучших параметров камнедробилки. Это допустимо для физико-химического анализа и определения неразлагаемых органических загрязнителей. Если проба содержит разлагаемые загрязнители, всегда следует использовать свежую пробу и обрабатывать ее как можно быстрее.

После получения субпробы она должна быть помещена непосредственно в соответствующий контейнер.

6.3 Уменьшение размера пробы

6.3.1 Общие положения

Пробу можно разделить на субпробы или аналитические пробы механическим способом или вручную. В принципе механическая система деления проб предпочтительней, потому что она эмпирически дает более представительные субпробы. Однако это верно только для сухого материала, частицы которого могут самостоятельно двигаться в потоке. Эта ситуация может быть реализована в лабораторных условиях, но невозможна для деления проб в поле сразу после их отбора. Если частицы пробы ведут себя связно, механическое деление проб часто невозможно из-за застревания почвы в системе, приводящего к блокировке делителя. И даже если механическое деление еще возможно, механические делители будут, скорее всего, работать неправильно и, следовательно, формировать нерепрезентативные субпробы. Поэтому методы ручного деления проб часто предпочтительнее механических. Высушивание проб перед делением допустимо, если оно не влияет на целостность пробы (испарение, биodeградация).

6.3.2 Формирование конуса и квартование

Эта методика пригодна для всех проб массой менее 1 кг.

а) Используют твердую поверхность достаточно большого размера для свободного доступа к пробе, рассыпанной на поверхности.

б) Используют очищенную поверхность или кладут чистую подстилку на пол, предпочтительно толстую пластиковую пластину для защиты пробы от загрязнения с поверхности.

с) Рассыпают пробу почвы на поверхности в виде конуса. Когда вся проба высыпана на поверхность, методично обходят конус вокруг, набирая материал у основания конуса в совек и высыпая его на вершину конуса. Повторяют операцию дважды.

д) Разравнивают конус так, чтобы высота слоя почвы стала меньше или равна высоте используемого ковша, лопаты или шпателя.

е) Делят почву на четыре части двумя перпендикулярными линиями, используя один из следующих методов:

1) Метод 1

- Совмещают центр креста из листового металла с центром слоя почвы и вдавливают его в почву. Высота и длина листов металла, образующих крест, должны быть больше, чем у слоя почвы.

- Отбрасывают почву из квадратов, расположенных по диагонали, и щеткой очищают место, которое они занимали.

- Удаляют металлический крест и перемешивают оставшуюся почву.

- Повторяют формирование конуса и квартование почвы до тех пор, не останется объем почвы, равный требуемому размеру субпробы (но не менее, чем минимальный размер субпробы в соответствии с таблицей А.1).

2) Метод 2

- Квартуют разравненный конус почвы по двум перпендикулярным диагоналям с помощью лопатки или совка, вертикально вставленного в почву.

- Отбрасывают почвы из противоположно расположенных квадратов и сгребают в кучу оставшуюся почву.

- Проверяют равенство количества отброшенной почвы половине массы (суб)пробы до деления (допустимое отклонение ± 10 масс. %). Если это условие не выполняется, удаленный материал возвращают и снова перемешивают, после чего деление пробы продолжают.

- Повторяют операции смешивания и квартования до тех пор, пока объем оставшейся почвы не станет равен требуемому размеру субпробы (1 кг).

- Переносят субпробу в соответствующий контейнер в соответствии с ИСО 10381-8.

Примечание – Известно, что формирование конуса и квартование могут вызывать систематическую погрешность. Эта погрешность в частности связана с тенденцией более крупных частиц к скатыванию по склону конуса и накоплению у его основания. Это приводит к сегрегации частиц между вершиной и основанием конуса. Аналогичная проблема возникает в случае, если удаляемые части материала предварительно не разделены (например, металлическим крестом, как в первом методе квартования).

6.3.3 Рифление

Рифли можно использовать в случае, если почва достаточно сухая для того, чтобы частицы почвы свободно просыпались сквозь щели рифлей. Деление пробы почвы с использованием рифлей чаще всего целесообразно только для проб массой менее 100 кг (также в зависимости от размеров рифлей).

Деление пробы с использованием рифлей приводит к уменьшению размера пробы в два или четыре раза (в зависимости от используемых рифлей) на каждой стадии.

а) Используют твердую поверхность достаточно большого размера для свободного доступа к пробе, рассыпанной на поверхности.

б) Используют очищенную поверхность или кладут чистую подстилку на пол, предпочтительно толстую пластиковую пластину для защиты пробы от загрязнения с поверхности.

с) Рассыпают пробу почвы на поверхности в виде конуса. Когда вся проба высыпана на поверхность, методично обходят конус вокруг, набирая материал у основания конуса в совек и высыпая его на вершину конуса. Повторяют операцию дважды.

д) Проверяют, чтобы ширина щелей рифли была по крайней мере втрое больше, чем максимальный размер частиц пробы почвы (24 мм).

е) Засыпают почву в рифлю с помощью совка или контейнера. Существенно, чтобы почва сыпалась равномерно по всей рифле во избежание систематической погрешности при делении пробы.

ф) Одну из субпроб удаляют, другую используют.

г) Проверяют равенство количества отброшенной почвы половине (или трем четвертям) массы (суб)пробы до деления (допустимое отклонение ± 10 масс. %). Если это условие не выполняется, удаленный материал возвращают и снова перемешивают, после чего деление пробы продолжают.

h) Повторяют операции рифления до тех пор, пока объем оставшейся почвы не станет равен требуемому размеру субпробы (1 кг).

i) Переносят субпробу в соответствующий контейнер в соответствии с ИСО 10381-8.

6.3.4 Применение делителя Тайлера

Наклонная пластина делителя Тайлера обеспечивает уменьшение размера пробы в шесть раз. Почва ссыпается по пластине и последовательно уменьшается в объеме, попадая в щели пластины. На каждой позиции пластины количество почвы уменьшается вдвое, устройство для перемешивания после каждой позиции встроено в пластину. Существенным граничным условием применения делителя Тайлера является использование достаточно сухой почвы, частицы которой могут свободно сыпаться по пластине.

Примечание – Если пробы почвы меньше 17 кг, может понадобиться объединение нескольких субпроб для получения пробы массой 1 кг.

Автоматическая подача материала должна быть установлена на постоянную скорость, указанную в плане пробоотбора. Это определяет требования к ширине хоппера, которая должна быть равна ширине щели в наклонной пластине и затвора переменной высоты.

- Проверяют, чтобы ширина щели делителя Тайлера была по крайней мере втрое больше, чем максимальный размер частиц пробы почвы (24 мм).

- Начинают процесс деления, засыпая пробу почвы в делитель при постоянной скорости и собирая субпробу(ы) в соответствующий(е) контейнер(ы).

- В случае необходимости, повторяют процесс деления, используя одну или более из полученных субпроб до получения субпробы требуемого размера (но не менее, чем минимальная масса в 1 кг).

- Переносят субпробу в соответствующий контейнер в соответствии с ИСО 10381-8.

6.3.5 Применение роторного делителя (автоматизированного поворотного стола)

Роторный делитель состоит из нескольких призматических контейнеров одинакового размера, установленных по краям круга, который поворачивается под струей почвы, ссыпавшейся из хоппера, установленного над поворотным столом и смещенного относительно его центра.

Поворотный стол должен работать при постоянной скорости вращения, которая не должна (существенно) меняться во время поступления материала пробы.

- Проверяют, чтобы ширина щели поворотного стола была не менее 24 мм.

- Подают почву на поворотный стол с постоянной скоростью. Скорость подачи должна быть относительно небольшой, чтобы все частицы могли свободно падать в щель поворотного стола, и чтобы число оборотов стола до попадания всего количества почвы в щель было достаточно велико.

- После окончания процесса деления собирают одну или более субпроб.

- Проверяют массу одной из субпроб. Если масса не равна частному от деления общей массы на число субпроб (допустимое отклонение ± 10 масс. %), все субпробы должны быть объединены, и деление пробы должно быть повторено.

- При необходимости одну из полученных субпроб делят снова до получения требуемого размера или достижения минимального размера пробы (1 кг).

- Переносят субпробу в соответствующий контейнер в соответствии с ИСО 10381-8.

7 Протокол испытания

Протокол испытания составляют вместе с протоколом соответствующей подготовки пробы и/или аналитического определения или отдельно. Он должен включать следующую информацию:

a) ссылку на настоящий стандарт;

b) полное описание пробы;

c) дату получения пробы;

d) подробные сведения об использованном методе деления;

e) массу и описание удаленных частиц;

f) последовательность операций и условия (использованные методы и оборудование) получения субпроб(ы);

g) любые детали, не указанные в настоящем стандарте или необязательные, а также любые факторы, которые могут повлиять на результаты.

Приложение А
(справочное)**Минимальные размер субпроб в зависимости от максимального размера макроагрегатов или частиц в пробе**

Для зернистого материала, каждая частица которого обладает определенной характеристикой в равной степени, не существует минимального размера пробы для определения этой характеристики. В пробах почвы часто только отдельная фракция частиц обладает данной характеристикой. В этом случае анализируемая проба должна иметь минимальный размер, достаточный для характеристики всей пробы. Минимальный размер пробы может быть охарактеризован с использованием уравнения (А.1). Более подробное рассмотрение и принятые допущения приведены в ИСО 10381-8:2006, приложение Б.

$$m_{\min,x} = \frac{1}{6} \pi (D_{95})^3 \rho_p c \frac{(1-\rho)}{(CV_w)w_p}, \quad (\text{A.1})$$

где $m_{\min,x}$ – масса пробы, округленная до двух значащих цифр, г;
 D_{95} – максимальный размер частиц (95 % частиц меньше, чем D_{95}), см;
 ρ_p – плотность частиц материала, г/см³;
 c – поправочный коэффициент на использование D_{95} вместо максимального размера частиц материала пробы;

ρ – вероятность нахождения частицы с определяемой характеристикой ($0 < \rho < 1$);

CV_w – коэффициент вариации, вызванной существенной ошибкой;

w_p – массовая доля частиц с определенной характеристикой.

При отборе проб почвы в большинстве случаев используют следующие оценки коэффициентов уравнения

(А.1):

$\rho_p = 2,6 \text{ г/см}^3$;

$c = 0,25$;

$w_p = 0,02$;

$CV_w = 0,1$.

Размер минимальных проб (таблица А.1) можно рассчитать, используя уравнение (А.1) и принятые допущения.

Т а б л и ц а А.1 – Минимальный размер субпроб в зависимости от максимального размера макроагрегатов или частиц в пробе

Максимальный размер макроагрегатов или частиц в пробе, мм	Минимальный размер субпроб(ы), г
2	1
4	110
6	360
8	850
10	1600
12	2900
14	4600
16	6800
18	9700
20	13000
22	18000
24	23000
26	29000

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов ссылочным национальным стандартам Российской Федерации

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего национального стандарта
ИСО 10381-8:2006	—	*
ИСО 11464	IDT	ГОСТ Р ИСО 11464—2011 Качество почвы. Предварительная подготовка проб для физико-химического анализа
ИСО 14507:2003	IDT	ГОСТ Р ИСО 14507—2011 Качество почвы. Предварительная подготовка проб для определения органических загрязняющих веществ
ИСО 16720	—	*
<p>* Соответствующий национальный стандарт отсутствует. До его утверждения рекомендуется использовать перевод на русский язык данного международного стандарта. Перевод данного международного стандарта находится в Федеральном информационном фонде технических регламентов и стандартов.</p> <p>Примечание – В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандартов:</p> <p>- IDT – идентичный стандарт.</p>		

Библиография

- [1] ISO 3534-2:2006, *Statistics — Vocabulary and symbols — Part 2: Applied statistics*
- [2] ISO 10382, *Soil quality — Determination of organochlorine pesticides and polychlorinated biphenyls — Gas-chromatographic method with electron capture detection**
- [3] ISO 11074:2005, *Soil quality — Vocabulary*
- [4] ISO 13877, *Soil quality — Determination of polynuclear aromatic hydrocarbons — Method using high-performance liquid chromatography*
- [5] ISO 15009, *Soil quality — Gas chromatographic determination of the content of volatile aromatic hydrocarbons, naphthalene and volatile halogenated hydrocarbons — Purge-and-trap method with thermal desorption*

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р 53217—2008 (ИСО 10382:2002) «Качество почвы. Определение содержания хлорорганических пестицидов и полихлорированных бифенилов. Газохроматографический метод с электрозахватным детектором».

УДК 631.4:006.034

ОКС 13.080.05

Ключевые слова: почвы, подготовка лабораторных проб из больших проб, термины и определения, принцип, оборудование, методика, протокол испытания

Подписано в печать 01.08.2014. Формат 60x84^{1/8}.
Усл. печ. л. 1,40. Тираж 57 экз. Зак. 3231.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»
123995 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru