

ПОЧВЫ

ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ К ПРОВЕДЕНИЮ АНАЛИЗОВ

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2009

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ПОЧВЫ

Общие требования к проведению анализов

Soils. General requirements for the fulfilment of analyses

ГОСТ
29269—91МКС 13.080
ОКСТУ 9709

Дата введения 01.07.93

Настоящий стандарт распространяется на почвы, вскрышные и вмещающие породы.

Стандарт устанавливает общие требования к проведению анализов почв.

1. Пробы, отобранные для анализа, высушивают до воздушно-сухого состояния. Затем рассыпают на бумаге или кальке, пинцетом удаляют включения (неразложившиеся корни и растительные остатки, камни, новообразования), измельчают и пропускают через сито с круглыми отверстиями диаметром 1—2 мм. При необходимости проводят более тонкое измельчение. Измельченные пробы хранят в матерчатых мешочках, бумажных или полистиленовых пакетах или в специальных контейнерах.

2. Перед взятием навески почву тщательно перемешивают, высыпая на ровную поверхность, распределяют слоем не более 1 см и отбирают пробу для анализа не менее чем из пяти мест.

3. При взвешивании проб почвы и реактивов для приготовления растворов используют весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104* 2-го — 4-го классов точности или весы другие с аналогичными метрологическими характеристиками.

4. Для приготовления вытяжек из почв допускается использование весов квадрантных с устройством пропорционального дозирования экстрагента ВКПД—40 г. При этом отклонение от указанной в стандарте массы пробы не должно превышать 25 %.

5. Для приготовления водных растворов и проведения анализов используют дистиллированную воду по ГОСТ 6709, если нет других указаний.

6. При проведении анализов используют лабораторную стеклянную посуду и оборудование по ГОСТ 25336, лабораторную фарфоровую посуду и оборудование по ГОСТ 9147, мерные лабораторные приборы и посуду (цилиндры, пипетки, бюретки, мерные колбы) не ниже 2-го класса точности по ГОСТ 29227, ГОСТ 29251 и ГОСТ 1770 или другие посуду и оборудование аналогичными метрологическими характеристиками.

Допускается использование дозаторов, обеспечивающих воспроизводимость отмериваемых объемов с погрешностью не более 1 % и отклонение от номинальных объемов не более 5 %.

Для приготовления вытяжек из почв и проведения анализов допускается использование технологических емкостей и оборудования из стекла, пластмассы и других материалов, устойчивых к действию применяемых реактивов.

7. Применяемые химические реактивы должны иметь степень чистоты не ниже «чистый для анализа», если нет других указаний. При необходимости перед приготовлением реактивы измельчают.

8. Если раствор готовят из нескольких реактивов, их добавляют в последовательности, указанной в стандарте на метод анализа, после полного растворения предыдущего реактива и перемешивания раствора.

9. Под выражением «слабое нагревание» следует понимать нагревание до температуры 40 °С; «нагревание» — нагревание до температуры 75 °С; «горячая вода» — степень нагрева воды до температуры 75 °С; «охлаждение» — охлаждение до температуры 15—25 °С.

* С 1 июля 2002 г. введен в действие ГОСТ 24104—2001.

10. Приготовленные растворы тщательно перемешивают и переливают в чистые сухие склянки с притертыми пробками или в герметически закрывающиеся емкости из пластмассы. Если нет других указаний, растворы хранят при температуре от 15 до 25 °С в местах, защищенных от прямых солнечных лучей. Сроки хранения растворов не должны превышать указанных в стандартах на методы анализа. При появлении опалесценции, осадка, хлопьев растворы заменяют свежеприготовленными.

11. Концентрацию растворов выражают: молярную концентрацию или молярную концентрацию эквивалента — моль/дм³; массовую концентрацию — г/дм³; массовую долю — %.

12. При проведении анализов применяют поверенные приборы. Нестандартизованные средства измерений должны быть аттестованы по ГОСТ 8.326*. Настройку приборов проводят в соответствии с инструкциями заводов-изготовителей.

13. Градуировку приборов проводят по растворам сравнения, которые готовят в мерных колбах разбавлением исходных растворов определяемых веществ. Для приготовления исходных растворов используют реактивы квалификации не ниже «химически чистый». Предварительную подготовку исходных веществ (прокаливание, высушивание) проводят по ГОСТ 4212. Объемы исходных растворов для разбавления, указанные в таблицах в соответствующих пунктах стандартов, отмеривают с помощью пипетки или бюретки. В таблицах указаны массовые концентрации определяемых веществ в растворах сравнения (г/дм³) и соответствующие им значения содержания определяемых веществ в почве (мгн⁻¹, %, ммоль в 100 г и др.), рассчитанные для регламентированных стандартами соотношений массы пробы и объема экстрагирующего раствора.

Всю серию растворов сравнения готовят из одного и того же исходного раствора. При порче хотя бы одного из растворов, составляющих серию, заменяют все растворы данной серии. Фильтрация растворов не допускается. Перед использованием растворы сравнения следует перемешать, ополоснув внутренние поверхности емкостей, в которых они хранятся.

14. Градуировку приборов проводят в день проведения анализа. Если во время работы заменяют хотя бы один из применяемых в анализе растворов, прибор градуируют снова.

Проверку градуировки проводят по первому и последнему растворам сравнения. Периодичность проверки устанавливают индивидуально для каждого прибора.

Если при проверке обнаруживаются изменения показаний прибора более чем на 3 %, прибор градуируют снова и измерения повторяют.

Окрашенные растворы используют для градуировки и проверки градуировки приборов в течение времени стабильности окраски, указанного в стандартах на методы анализа.

15. Пробы растворов сравнения и пробы вытяжек для анализа отбирают с помощью одного и того же мерного прибора.

Растворы реактивов прибавляют к пробам растворов сравнения и пробам вытяжек с помощью одних и тех же мерных приборов.

Допускается пропорциональное изменение объемов пробы и применяемых в анализе растворов реактивов.

16. Растворы реактивов прибавляют к пробам растворов сравнения и анализируемых вытяжек в последовательности, указанной в стандартах на методы анализа. После прибавления каждого реактива растворы тщательно перемешивают.

17. Температура растворов сравнения и анализируемых вытяжек должна быть одинаковой.

18. При использовании приборов с цифровыми преобразователями аналитического сигнала допускается отклонение от номинальных значений единиц, используемых при градуировке, не более чем на 3 %.

19. Градуировочные графики строят в прямоугольных координатах на миллиметровой бумаге. При построении графика масштаб выбирают такой, чтобы длина оси абсцисс не отличалась от длины оси ординат более чем в 1,5 раза.

При фотометрических определениях по оси абсцисс откладывают рассчитанные значения содержания (ммоль в 100 г) или массовой доли (%), мгн⁻¹) определяемых веществ в почве, а по оси ординат — соответствующие им значения аналитических сигналов.

При ионометрических определениях по оси абсцисс откладывают рС_x (отрицательные логарифмы молярной концентрации) растворов сравнения, а по оси ординат — соответствующие им показания прибора в милливольтх.

* На территории Российской Федерации действуют ПР 50.2.009—94.

20. Если концентрация определяемого вещества в вытяжке превышает максимальную концентрацию растворов сравнения, определение повторяют, предварительно разбавив вытяжку. Пробу вытяжки для разбавления отбирают с помощью пипетки и помещают в мерную колбу. Объем раствора в колбе доводят до метки экстрагирующим раствором.

Допускается проводить разбавление путем смешения пробы вытяжки с соответствующим объемом экстрагирующего раствора, используя мерные приборы, имеющие погрешность не более 1 % и чистые сухие емкости. Результат анализа разбавленной пробы увеличивают во столько раз, во сколько была разбавлена вытяжка.

21. Для учета примесей определяемого вещества, содержащихся в дистиллированной воде, фильтровальной бумаге и реактивах, проводят контрольный опыт. Значение результата контрольного опыта не должно превышать $1/3$ минимальной концентрации растворов сравнения. Результат контрольного опыта вычитают из результатов анализа.

22. За результат анализа принимают результат единичного определения.

23. Содержание определяемых веществ в почве выражают в миллионных долях (млн⁻¹), процентах (%) и в миллимолях эквивалента в 100 г почвы (ммоль в 100 г почвы).

24. Для контроля правильности результатов анализа одновременно с пробами почв и в тех же условиях анализируют стандартные образцы состава агрохимических показателей тех типов почв, на которые распространяется действие применяемых стандартов на методы анализа. Анализ стандартных образцов проводят в однократной повторности.

Результаты анализа стандартных образцов не должны отличаться от аттестованных значений более чем на величину отклонений, регламентированных соответствующими стандартами на методы анализа почв. Если это требование не выполняется, результаты анализа партии проб признают неправильными. Анализ повторяют после выявления и устранения причин, вызвавших искажение результатов.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Всесоюзным производственно-научным объединением «Союзсельхозхимия»
2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 29.12.91 № 2389
3. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ
4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 8.326—89	12
ГОСТ 1770—74	6
ГОСТ 4212—76	13
ГОСТ 6709—72	5
ГОСТ 9147—80	6
ГОСТ 24104—88	3
ГОСТ 25336—82	6
ГОСТ 29227—91	6
ГОСТ 29251—91	6

5. ПЕРЕИЗДАНИЕ. Август 2005 г.

Редактор Л.В. Коретникова
Технический редактор О.И. Власова
Корректор Т.И. Кононенко
Компьютерная верстка А.Н. Золотаревой

Подписано в печать 19.09.2005. Формат 60x84¹/₈. Бумага офсетная. Гарнитура Таймс. Печать офсетная. Усл.печ.л. 0,47.
Уч.-изд.л. 0,40. Тираж 47 экз. Зак. 710. С 1898.

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

Набрано в ИПК Издательство стандартов на ПЭВМ.

Отпечатано в филиале ФГУП «Стандартинформ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.