



МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

ГОСТ
ISO 16720—
2018

НИФСИТР ЦСМ при МЭ КР

**РАБОЧИЙ
ЭКЗЕМПЛЯР**

КАЧЕСТВО ПОЧВЫ

**Предварительная обработка образцов методом суб-
лимационной сушки для последующего анализа**

(ISO 16720:2005, IDT)

Издание официальное

Зарегистрирован
№ 14083
2 мая 2018 г.



Предисловие

Евразийский совет по стандартизации, метрологии и сертификации (ЕАСС) представляет собой региональное объединение национальных органов по стандартизации государств, входящих в Содружество Независимых Государств. В дальнейшем возможно вступление в ЕАСС национальных органов по стандартизации других государств.

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены 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 4 стандарта, который выполнен АО «ВНИИС»

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии Российской Федерации

3 ПРИНЯТ Евразийским советом по стандартизации, метрологии и сертификации по результатам голосования в АИС МГС (протоколом от 30 апреля 2018 г. №108-П)

За принятие стандарта 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
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Кыргызстан	KG	Кыргызстандарт
Российская Федерация	RU	Росстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 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

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных (государственных) стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных (государственных) органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация также будет опубликована в сети Интернет на сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

Исключительное право официального опубликования настоящего стандарта на территории указанных выше государств принадлежит национальным (государственным) органам по стандартизации этих государств.

КАЧЕСТВО ПОЧВЫ**Предварительная обработка образцов методом сублимационной сушки
для последующего анализа**Soil quality. Pretreatment of samples by freeze-drying for subsequent analysis

Дата введения —

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 носителем (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

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 высвободиться 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, 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.