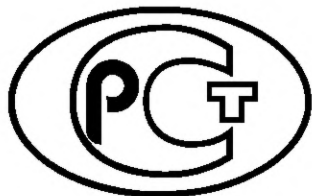

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ



НАЦИОНАЛЬНЫЙ
СТАНДАРТ
РОССИЙСКОЙ
ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р
58588—
2019

ОТБОР И ПОДГОТОВКА РАСТИТЕЛЬНЫХ ПРОБ ДЛЯ ИЗОТОПНОГО АНАЛИЗА

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2019

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным бюджетным научным учреждением «Всероссийский научно-исследовательский институт агрохимии имени Д.Н. Прянишникова» (ФГБНУ «ВНИИ агрохимии»)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 025 «Качество почв, грунтов и органических удобрений»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 9 октября 2019 г. № 928-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». 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 ежемесячного 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 (www.gost.ru)

© Стандартиформ, оформление, 2019

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

Содержание

| | |
|---|---|
| 1 Область применения | 1 |
| 2 Нормативные ссылки | 1 |
| 3 Термины и определения | 2 |
| 4 Оборудование, реактивы и материалы | 3 |
| 5 Общие требования | 3 |
| 6 Порядок отбора проб для изотопного анализа | 4 |
| 7 Подготовка проб для анализа отношений стабильных изотопов. | 5 |
| Приложение А (обязательное) Этикетка для передачи пробы в лабораторию | 7 |
| Приложение Б (обязательное) Сопроводительная ведомость отбора растительных проб | 8 |

ОТБОР И ПОДГОТОВКА РАСТИТЕЛЬНЫХ ПРОБ ДЛЯ ИЗОТОПНОГО АНАЛИЗА

Sampling and preparation of plant samples for isotopic analysis

Дата введения — 2020—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает общие требования по отбору и подготовке растительных проб для агрохимических исследований и агроэкологических изысканий.

Настоящий стандарт включает в себя этапы, обеспечивающие отбор, гомогенизацию и перевод первичных проб в состояние, пригодное для их длительного хранения без существенного изменения валовых отношений стабильных изотопов легких газообразующих элементов: $^2\text{H}/^1\text{H}$, $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$, $^{15}\text{N}/^{14}\text{N}$, $^{17}\text{O}/^{16}\text{O}$, $^{18}\text{O}/^{16}\text{O}$, $^{34}\text{S}/^{32}\text{S}$.

Настоящий стандарт распространяется на сельскохозяйственные культуры, выращиваемые на землях сельскохозяйственного назначения в целях получения пищевой продукции и производства кормов, в том числе при выращивании продукции органического производства.

Настоящий стандарт не распространяется на следующие сельскохозяйственные растения: масличные, эфирно-масличные, технические, лекарственные, цветочные, а также на продукцию, выращиваемую на орошаемых почвах (в том числе рис), в местах подтопления, на аллювиальных почвах.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на стандарты:

ГОСТ 12.1.004 Система стандартов безопасности труда (ССБТ). Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 892 Калька бумажная. Технические условия

ГОСТ 3251 Клеенка подкладная резиноканевая. Технические условия

ГОСТ 4153 Секаторы. Технические условия

ГОСТ 4230 Ножи садовые. Технические условия

ГОСТ 8273 Бумага оберточная. Технические условия

ГОСТ 12026 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 12302 Пакеты из полимерных пленок и комбинированных материалов. Общие технические условия

ГОСТ 19596 Лопаты. Технические условия

ГОСТ 21240 (СТ СЭВ 4898—84) Скальпели и ножи медицинские. Общие технические требования и методы испытаний

ГОСТ 21241 (СТ СЭВ 5204—85) Пинцеты медицинские. Общие технические требования и методы испытаний

ГОСТ 26640 (СТ СЭВ 4472—84) Земли. Термины и определения

ГОСТ 30090 Мешки и мешочные ткани. Общие технические условия

ГОСТ 31828 Аппараты и установки сушильные и выпарные. Требования безопасности. Методы испытаний

ГОСТ 33781 Упаковка потребительская из картона, бумаги и комбинированных материалов. Общие технические условия

ГОСТ 33980 Продукция органического производства. Правила производства, переработки, маркировки и реализации

ГОСТ Р 12.1.019 Система стандартов безопасности труда (ССБТ). Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ Р 51268 Ножницы. Общие технические условия

ГОСТ Р 51568 (ИСО 3310-1—90) Сита лабораторные из металлической проволочной сетки. Технические условия

ГОСТ Р 52361 Контроль объекта аналитический. Термины и определения

ГОСТ Р 53228 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

3.1 В настоящем стандарте применены термины по ГОСТ 26640, ГОСТ 33980, ГОСТ Р 52361, а также следующие термины с соответствующими определениями:

3.1.1 **точечная (единичная) проба:** Проба, представляющая собой единичное неделимое количество растительной продукции с одного вида растения

3.1.2 **объединенная проба:** Проба растительной продукции, отбираемая с пробной площадки и представляющая собой не менее пяти точечных проб.

3.1.3 **средняя проба:** Усредненная методом квартования объединенная проба.

3.1.4 **представительная проба:** Высушенная измельченная средняя проба после квартования.

3.1.5 **лабораторная проба:** Часть измельченной до однородного мелкодисперсного состояния представительной пробы, предназначенная для проведения конкретных видов лабораторного анализа.

3.1.6 **контрольная проба:** Часть измельченной до однородного мелкодисперсного состояния представительной пробы, хранящаяся в лаборатории, проводящей исследования, и предназначенная для повторного анализа партии при возникновении споров по результатам проведенного испытания.

3.1.7 **план отбора проб:** Документ, содержащий информацию о положении точечных проб, их количестве (численности) и методах отбора.

3.1.8 **сельскохозяйственные культуры:** Растения, используемые в сельскохозяйственном производстве.

3.1.9 **периодичность отбора проб:** Определяемая целью обследования или изыскания хронологическая организация (частота и время) повторяющихся через определенные интервалы времени отборов проб на сельскохозяйственном угодье.

3.1.10 **пробная площадка:** Часть исследуемой территории, предназначенная для отбора проб. Одна пробная площадка репрезентуется одной объединенной пробой.

3.1.11 **картографическая основа:** Цифровой картографический материал (ортофотопланы, фотокарты, открытые топокарты и т. п.), представленный в цифровой форме на основе данных Государственного кадастрового учета земельных участков и обеспечивающий ведение процедуры агрохимических обследований или агроэкологических изысканий.

3.1.12 поле: Участок пашни или других сельскохозяйственных угодий, который был разбит согласно схеме севооборота или любой другой существующей системе земледелия при внутрихозяйственном землеустройстве и предназначен для выращивания на нем зерна, технических культур, кормов и другой продукции растениеводства.

3.1.13 сельскохозяйственные культуры: Растения, используемые в сельскохозяйственном производстве.

3.1.14 метод конверта: Метод, при котором из точек контролируемой пробной площадки (элементарного участка или каждой рабочей пробоотборной площадки) берут 5 растительных проб. При этом точки должны быть расположены так, чтобы мысленно соединенные прямыми линиями, давали рисунок запечатанного конверта.

3.1.15 однородность растительного покрова: Растительный покров на элементарном участке, не менее 80 % площади которого имеет одинаковое значение признака, способного оказать влияние на отношения стабильных изотопов в составе растений.

3.1.16 неоднородность растительного покрова: Растительный покров на элементарном участке, менее 80 % площади которого имеет одинаковое значение признака, способного оказать влияние на отношения стабильных изотопов в составе растений.

3.1.17 C3-путь метаболизма: Основной метаболический путь фиксации углерода у высших растений, первым продуктом которого является трехуглеродная 3-фосфоглицериновая кислота

3.1.18 C4-путь метаболизма: Основной метаболический путь фиксации углерода у высших растений, первым продуктом которого является четырехуглеродная щавелевоуксусная кислота.

3.1.19 САМ-путь метаболизма: Основной метаболический путь фиксации углерода у высших растений преимущественно семейства Толстянковые. Химизм фиксации углерода отличается от C3- и C4-типов по времени — фиксация происходит в ночное время.

4 Оборудование, реактивы, материалы

Весы неавтоматического действия с пределом допустимой погрешности взвешивания ± 50 мг по ГОСТ 53228.

Рамка металлическая 0,5 × 0,5 м.

Косы, серпы.

Лопата по ГОСТ 19596.

Секатор по ГОСТ 4153.

Мешки по ГОСТ 30090.

Ножницы по ГОСТ 51268.

Ножи садовые по ГОСТ 4230.

Клеенка по ГОСТ 3251.

Калька по ГОСТ 892.

Бумага по ГОСТ 8273 или по ГОСТ 12026.

Пинцеты по ГОСТ 21241.

Шкаф сушильный по ГОСТ 31828.

Лиофилизатор.

Скальпели по ГОСТ 21240.

Ножевая мельница.

Вибромельница, в которой сосуды совершают 680—690 возвратно-поступательных движений в минуту на расстоянии 16 мм и одновременно раскачиваются под углом $\pm 15^\circ$.

Криоизмельчитель (криомельница).

Сита лабораторные из металлической проволочной сетки по ГОСТ Р 51568 с размером ячеек 250 мкм.

Пакеты по ГОСТ 12302.

5 Общие требования

5.1 Цель отбора проб — получение репрезентативных растительных проб сельскохозяйственных растений, выращиваемых на сельскохозяйственных угодьях, с целью получения объективной информации о валовых отношениях стабильных изотопов легких газообразующих элементов, входящих в их состав.

5.2 При проведении отбора проб формируют план отбора проб, включающий: число отбираемых точечных проб; объем или массу отбираемых точечных проб, метод отбора проб.

5.3 При выращивании на одном поле культур с различающимися типами метаболизма (растения с С3-, С4- и САМ-путем фотосинтеза) отбор растительных проб осуществляют отдельно по культурам.

5.4 При выращивании продукции органического производства отдельно выполняют отбор сельскохозяйственных культур с полей, на которых в течение последнего года система удобрений включала внесение только минеральных или только органических удобрений.

5.5 Отбор проб для определения изотопного состава продукции осуществляют отдельно от проб, предназначенных для контроля других показателей продукции.

5.6 Для анализа отношения стабильных изотопов в продукции растениеводства, выращиваемой для нужд пищевой и перерабатывающей промышленности, отбирают только товарную часть растений сельскохозяйственной культуры.

5.7 Для анализа отношений стабильных изотопов в продукции растениеводства, выращиваемой в целях кормопроизводства, отбирают целиком всю часть растения сельскохозяйственной культуры, используемой для производства кормов.

5.8 Отбор проб при проведении агрохимических обследований и агроэкологических изысканий проводят в течение всего вегетационного периода.

5.9 Используемое оборудование не должно изменять отношения стабильных изотопов легких газобразующих элементов в составе проб. Если использование определенного оборудования и/или материалов не допускается при предварительной подготовке проб для конкретного физико-химического анализа, то это должно быть указано в соответствующих стандартах на методы анализа.

5.10 Требования безопасности при работе с электрооборудованием — по ГОСТ Р 12.1.019; требования пожарной безопасности — по ГОСТ 12.1.004.

6 Порядок отбора проб для изотопного анализа

6.1 Подготовка к отбору проб

6.1.1 Составляют план отбора проб с использованием картографической основы. На основу наносят сетку пробных участков и точек отбора проб — каждое поле разбивают на пронумерованные пробные участки, шириной равные ширине поля и площадью каждого не более 1 га в общем случае или 100 м² при отборе проб продукции органического производства или при неоднородности растительного покрова поля, превышающем пороговое значение.

6.1.2 Назначают пять точек отбора точечных проб, расположенных методом конверта на одной пробной площадке по ее углам и в центре. Не допускается отбирать точечные пробы вблизи дорог, ближе, чем 10 метров от мест открытого хранения органических и минеральных удобрений, мелиорантов.

6.2 Отбор проб

6.2.1 На каждой точке отбора в натуре при помощи квадратной рамки со стороной 0,5 м выделяют пробный контур, с площади которого отбирают точечную пробу. В контуре должны присутствовать только растения нормальные по внешнему виду, при осмотре которых не обнаружено отклонений, вызванных физическими, химическими факторами или развитием микроорганизмов. В случае отбора проб с плодовых растений каждой точкой отбора точечных проб будет являться единичное плодовое растение.

Для анализа отношений стабильных изотопов в продукции растениеводства, выращиваемой для производства кормов, отбирают соответствующие части растений, составляющие точечную пробу. Для анализа отношений стабильных изотопов в продукции растениеводства, выращиваемой для получения пищевой продукции, отбирают товарную часть растений в пределах пробного контура. Отбор продукции выполняют вручную с применением серпа, ножа, ножниц, секатора или лопаты в зависимости от технологии выращивания сельскохозяйственных растений.

6.2.2 Отбор точечных проб продукции растениеводства, выращиваемой для нужд пищевой и перерабатывающей промышленности.

Количество растительной продукции для одной точечной пробы должен быть достаточным для формирования объединенной пробы и последующего выделения средней пробы. Количество продукции в составе точечной пробы указано в таблице 1.

Т а б л и ц а 1 — Количество продукции в составе точечной пробы

| Общее количество продукции в пробном контуре, шт. | Количество продукции, шт. |
|---|--------------------------------------|
| 1—2 | 1 |
| 3—10 | 3 |
| >10 | 3+1 (+1 на каждые 10 дополнительных) |

6.2.3 Отбор точечных проб продукции растениеводства, выращиваемой в целях кормопроизводства

Масса растительной продукции для одной точечной пробы должна быть достаточной для объединенной пробы и последующего выделения средней пробы. Минимальная масса точечных проб указана в таблице 2.

Т а б л и ц а 2 — Масса точечной пробы

| Группа сельскохозяйственных растений | Масса пробы, г |
|--------------------------------------|----------------|
| Зерновые | 5—250 |
| Зернобобовые | 10—250 |
| Кормовые | 250—1000 |
| Овощные | 500—2000 |
| Плодовые | 5—500 |
| Картофель | 30—500 |

6.2.4 После отбора точечных проб из них формируют объединенную пробу путем соединения и перемешивания. Каждую сформированную объединенную пробу вместе с этикеткой помещают в мешки или коробки.

6.2.5 Перед отправкой в лабораторию объединенную пробу сокращают до величины средней пробы методом квартования: объединенную пробу перемешивают, разравнивают на гладкой поверхности (клеенке) и делят взаимно перпендикулярными линиями, проходящими через центр, на четыре части. Две любые противоположные четверти берут в пробу. Последовательным квартованием сокращают пробу в два, четыре раза и т. д. до получения пробы массой, достаточной для выделения из нее в дальнейшем в лаборатории лабораторной и контрольной проб.

6.2.6 В случае кормовых, овощных, плодовых культур и картофеля в лабораторию передают всю объединенную пробу, сокращение которой до средней методом квартования выполняют в лаборатории после этапов сушки и предварительного измельчения с последующим перемешиванием и формированием лабораторной и контрольной проб.

6.2.7 В лабораторию пробы передают снабженные этикеткой, оформленной в соответствии с приложением А.

6.2.8 Для передачи проб в лабораторию составляют сопроводительную ведомость в двух экземплярах в соответствии с приложением Б.

7 Подготовка проб для анализа отношений стабильных изотопов

7.1 Для подготовки к анализу растительную пробу в лаборатории рассыпают на бумаге или кальке и пинцетом выбирают включения — корни других растений, насекомых, камни, стекло и т. д. Затем пробу высушивают в сушильном шкафу при температуре, не превышающей 60 °С, или сублимационной сушкой.

7.2 Пробу предварительно измельчают вручную с использованием ручного режущего инструмента (ножи, ножницы, скальпели) или с использованием ножевых мельниц до размера частиц не более 1 см.

7.3 После измельчения пробу перемешивают во избежание неоднородности частиц различного размера.

7.4 Среднюю пробу сокращают квартованием до размера представительной пробы массой 15—20 г.

7.5 Основное измельчение представительной пробы осуществляют с использованием вибромельницы или криоизмельчителя (криомельницы) до прохода через сито из металлической проволочной сетки с отверстиями 0,25 мм не менее 75 % представительной пробы.

7.6 Представительную пробу после основного измельчения делят на лабораторную и контрольную пробы массой каждая не менее 5 г, которые хранят отдельно в герметичных пластиковых пакетах с застежкой при температуре не выше 20 °С в недоступном прямым солнечным лучам помещении.

Приложение А
(обязательное)

Этикетка для передачи пробы в лабораторию

| | |
|---|--|
| Название сельскохозяйственной культуры | |
| № пробы | |
| Тип пробы | |
| № пробной площадки | |
| № поля | |
| Хозяйство | |
| Район | |
| Область | |
| Наименование организации, осуществлявшей отбор проб | |
| Дата, время отбора пробы | |
| Ф.И.О. исполнителя | |

Приложение Б
(обязательное)

Сопроводительная ведомость отбора растительных проб

Растительные пробы в количестве (массой) _____ штук (кг) отобраны _____
наименование хозяйства

в период с _____ по _____ специалистом

Ф.И.О.

Дата отправки проб _____

| № пп. | Вид тары (перечисление каждого ящика и мешка) | Число проб | Номера проб | Примечание |
|-------|---|------------|-------------|------------|
| | | | | |

Обозначение настоящего стандарта _____

Личная подпись/Расшифровка подписи _____

УДК 633-635:543.51

ОКС 65.020.20

Ключевые слова: отбор проб, подготовка проб, стабильные изотопы, анализ отношений стабильных изотопов

БЗ 10—2019/36

Редактор *Г.Н. Симонова*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *М.В. Бучная*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*Сдано в набор 16.10.2019. Подписано в печать 25.10.2019. Формат 60 × 84¹/₈. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,26.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандартаСоздано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru