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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ EN 15360— 2015

УДОБРЕНИЯ

Определение дициандиамида методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

(EN 15360:2007, IDT)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2015

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0–92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2–2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский институт стандартизации материалов и технологий» (ФГУП «ВНИИ СМТ») на основе собственного аутентичного перевода на русский язык стандарта, указанного в пункте 5

2 ВНЕСЕН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 527 «Химия»

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 18 июня 2015 г. № 47-2015)

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
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 24 июля 2015 г. № 978-ст межгосударственный стандарт ГОСТ EN 15360—2015 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июня 2016 г.

5 Настоящий стандарт идентичен европейскому региональному стандарту EN 15360:2007 Fertilizers – Determination of dicyandiamide – Method using high-performance liquid chromatography (HPLC) (Удобрения. Определение дициандиамида. Метод высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ).

Европейский стандарт разработан Европейским комитетом по стандартизации CEN/TC 260 «Удобрения и известковые материалы».

Перевод с английского языка (en).

Официальные экземпляры европейского регионального стандарта, на основе которого подготовлен настоящий межгосударственный стандарт, и европейский региональных стандартов, на которые даны ссылки, имеются в Федеральном фонде технических регламентов и стандартов.

Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным европейским региональным стандартам приведены в дополнительном приложении

ДА.

Степень соответствия – идентичная (IDT)

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменения 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

© Стандартинформ, 2015

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

Содержание

1 Область применения .....

2 Нормативные ссылки .....

3 Сущность метода .....

4 Реактивы .....

5 Оборудование .....

6 Отбор и подготовка проб .....

7 Методика проведения испытания .....

8 Обработка результатов испытания .....

9 Точность .....

10 Примечания к методике .....

11 Протокол испытания .....

Приложение А (справочное) Результаты межлабораторного испытания .....

Приложение Д.А (справочное) Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным европейским региональным стандартам .....

Библиография .....

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

УДОБРЕНИЯ

Определение дициандиамида методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Fertilizers. Determination of dicyandiamide by high-performance liquid chromatography method

Дата введения— 2016 – 06 – 01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод для выборочного определения дициандиамида в дополнение ко всем другим формам фиксаций азота, в особенности к удобрениям, к которым дициандиамид был добавлен для ингибирования нитрификации.

2 Нормативные ссылки

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

EN 1482-2 Fertilizers and liming materials – Sampling and sample preparation – Part2: Sample preparation (Удобрения и известковые материалы. Отбор и подготовка проб. Часть 2. Подготовка проб)

Издание официальное

EN ISO 3696:1995 Water for analytical laboratory use – Specification and test methods [Вода, используемая для аналитических лабораторий. Спецификация и методы анализа) (ISO 3696:1987)]

3 Сущность метода

Образец растворяют или суспендируют в воде с использованием ультразвуковой ванны. Метил дициандиамид добавляют к отфильтрованному раствору в качестве внутреннего стандарта. Затем раствор переносят на С18 обращенно-фазной колонки с использованием обводного инжектора и затем разделяют. Для обнаружения используют УФ-детектор при длине волны 220 нм.

4 Реактивы

Используют реактивы признанной аналитической чистоты и воду соответствующей степени чистоты 2 по EN ISO 3696.

4.1 Стандартный раствор дициандиамида

Взвешивают 50 мг дициандиамида известной степени чистоты в мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$ и растворяют в воде; доводят объем до метки. 10 $см^3$ раствора пипеткой переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ и, после добавления 10 $см^3$ внутреннего стандартного раствора, доводят объем до метки водой.

4.2 Внутренний стандартный раствор

Взвешивают 50 мг метил дициандиамида известной степени чистоты в мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$, растворяют в воде и доводят объем до метки.

4.3 Метанол

Степень чистоты – для высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ).

5 Оборудование

5.1 Ультразвуковая ванна.

5.2 Мембранный фильтр

0,45 мкм с использованием обычного оборудования для фильтрации.

5.3 ВЭЖХ оборудование

УФ-детектор для переменной длины волны и для электронного интегратора, клапан ввода пробы 20 мкдм^3, оснащенный обводным инжектором.

6 Отбор и подготовка проб

Отбор проб не является частью метода, установленного в настоящем стандарте; однако рекомендуется метод отбора проб, приведенный в [1]. Подготовка проб может быть проведена в соответствии с EN 1482-2.

7 Методика проведения испытания

7.1 Подготовка аналитического раствора

Взвешивают с точностью до 0,001 г от 0,8 до 1,5 г земли, тщательно гомогенизируют образец для испытания (соответствующий примерно 50 мг дициандиамида), смешивают с 750 см^3 воды в мерной колбе вместимостью 1000 см^3 и растворяют с использованием ультразвуковой ванны (5.1). Те части, которые не растворяются через 5 мин, не учитывают. Доводят объем до метки водой. Фильтруют одну часть гомогенизированного раствора образца (примерно 50 см^3) через мембранный фильтр (5.2) в чистый сосуд.

10 см^3 данного фильтрата пипеткой переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и, после добавления 10 см^3 внутреннего стандартного раствора (4.2), доводят объем до метки водой.

7.2 Условия проведения ВЭЖХ

Растворитель: смесь воды и метанола (4.3), (99+1) частей по объему.

Разделительная колонка и упаковка: 250 мм × 4,6 мм С18 обращенно-фазной колонки.

Температура колонки: комнатная температура.

Расход: 1,0 см^3/мин.

Длина волны: 220 нм.

7.3 Определение с использованием ВЭЖХ

Поочередно переносят стандартный раствор (4.1) и исследуемый раствор (7.1) в разделительную колонку три раза, используя стандартный раствор до исследуемого раствора. Измеряют площади пика для дициандиамида и метил дициандиамида.

8 Обработка результатов испытания

Рассчитывают пропорции в стандартном растворе (4.1) $P_{x'}$ по формуле

$$P_{x'} = \frac{A_1}{A_2}, \quad (1)$$

где A_1 – площадь пика для дициандиамида (4.1);

A_2 – площадь пика для внутреннего стандарта.

Рассчитывают пропорции исследуемого раствора (7.1) P_x по формуле

$$P_x = \frac{A_3}{A_2}, \quad (2)$$

где A_2 – площадь пика внутреннего стандарта;

A_3 – площадь пика для дициандиамида (7.1).

Берут из каждой группы три значения P_x и $P_{x'}$, средние значения $P\,x'_м$ и $P\,x_м$ и рассчитывают содержание дициандиамида в образце, выраженное в г/100 г, используя следующую формулу

$$w_{DCD} = \frac{Px_M m'}{Px'_M m}, \quad (3)$$

где $P\,x_M$ – среднее значение пропорций для образца;

m' – масса дициандиамида в стандартном растворе (4.1) (50 мг), мг

$P\,x'_M$ – среднее значение пропорций для стандарта;

m – масса образца в аликвотной части использованного исследуемого раствора (7.1), мг.

При необходимости корректируют конечный результат в зависимости от чистоты дициандиамида используемого для стандартного раствора.

9 Точность

9.1 Общие принципы

Точность метода была установлена в межлабораторном испытании, проведенном и оцененном в 1997 г. в соответствии с [2]. Итоговые результаты представлены в приложении А. Значения, полученные в межлабораторном испытании, не могут быть применены в концентрационных диапазонах и матрицах, кроме указанных в приложении А.

9.2 Повторяемость

Абсолютное расхождение между двумя результатами независимых единичных испытаний, полученными одним и тем же методом на идентичных объектах испытаний в одной и той же лаборатории одним и тем же исполнителем с использованием одного и того же оборудования в течение короткого промежутка времени, будет не более чем в 5 % случаев превышать значения пределов повторяемости r, приведенные в таблице 1.

9.3 Воспроизводимость

Абсолютное расхождение между двумя результатами независимых

единичных испытаний, полученными одним и тем же методом на идентичных объектах испытаний, в разных лабораториях разными исполнителями с использованием разного оборудования, будет не более чем в 5 % случаев превышать значения воспроизводимости R, приведенные в таблице 1.

Таблица 1 — Данные точности

в г/100 г

Образец	Уровень	r	R
Номер 1 Alzon 27/1	2,41	0,08998	0,4667
Номер 2 Alzon 27/2	2,18	0,0737	0,329

10 Примечания к методике

10.1 Как описано, метод охватывает границу между 2 г и 10 г дициандиамида на 100 г.

Путем изменения взвешенной части и степени разбавления, содержание дициандиамида между (0,1 г и 100 г) на 100 г может быть определено.

10.2 Метод может быть также проведен с использованием внутреннего стандарта. В этом случае формула для расчета должна быть изменена соответственно.

11 Протокол испытания

Протокол испытания должен содержать:

a) информацию, необходимую для полной идентификации образца;

b) используемый метод испытания со ссылкой на настоящий стандарт;

c) полученные результаты испытания вместе с единицами, используемыми для их выражения;

d) дату завершения испытания;

e) было ли выполнено условие предела повторяемости;

f) все детали операций, не указанные в настоящем стандарте или рассматриваемые как дополнительные, а также сведения о любых случаях, которые имели место во время выполнения метода и которые могли повлиять на результат(ы) испытаний.

Приложение А

Приложение А

(справочное)

Результаты межлабораторного испытания

Точность метода была установлена в 1997 г. во время межлабораторного испытания, в котором были задействованы 13 и 12 испытательные лаборатории и два образца удобрения. Статистические результаты приведены в таблице А.1.

Таблица А.1 – Статистические результаты межлабораторного испытания

Параметры	Образец 1	Образец 2
Год проведения испытания	1997	
Номера задействованных лабораторий	13	12
Номера лабораторий после исключения выбросов	13	12
Уровень среднего значения, г/100 г	2,41	2,18
Стандартное отклонение повторяемости s_r, г/100 г	0,03	0,03
Коэффициент изменения CV_r, %	1,348	1,218
Предел повторяемости r ($2{,}83\,s_r$), г/100 г	0,08998	0,0737
Стандартное отклонение воспроизводимости S_R, г/100 г	0,1684	0,1187
Коэффициент изменения CV_R, %	6,99	5,44
Предел воспроизводимости R ($2{,}83\,s_R$), г/100 г	0,4667	0,329

Приложение Д.А

(справочное)

Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным европейским региональным стандартам

Таблица Д.А.1

Обозначение и наименование ссылочного европейского стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование межгосударственного стандарта
EN 1482-2:2007 Удобрения и известковые материалы. Отбор и подготовка проб. Часть 2. Подготовка проб	IDT	ГОСТ EN 1482-2-2013 Удобрения и известковые материалы. Отбор и подготовка проб. Часть 2. Подготовка проб
EN ISO 3696:1995, Вода, используемая для аналитических лабораторий. Спецификация и методы анализа	—	*

* Соответствующий межгосударственный стандарт отсутствует. До его утверждения рекомендуется использовать перевод на русский язык данного европейского стандарта.

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

- IDT – идентичные стандарты.

Библиография

[1] EN 1482-1 Fertilizers and liming materials – Sampling and sample preparation – Part 1: Sampling
(Удобрения и известковые материалы. Отбор и подготовка проб. Часть 1. Отбор проб)

[2] ISO 5725–1 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results – Part 1: General principles and definitions
[Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Общие принципы и определения]

[3] Regulation (EC) No 2003/2003 of the European Parliament and of the Council of 13 October 2003 relating to fertilizers, Official Journal L 304, 21/11/2003. P. 0001-0194 (Правила (ЕС) № 2003/2003 Европейского Парламента и совета от 13 октября 2003 г., относящийся к удобрениям, официальный журнал L 304, 21/11/2003 стр. 1-194)

УДК 661.152:006.354 МКС 65.080 IDT

Ключевые слова: удобрения, определение дициандиамида, мочевина, высокоэффективная жидкостная хроматография, проведение испытаний, расчет

Руководитель организации-разработчика

Директор

ФГУП «ВНИИ СМТ» Д.О. Скобелев

Руководитель разработки

Заместитель начальника отдела 121

ФГУП «ВНИИ СМТ» В.М. Костылева

Ответственный исполнитель

Инженер отдела 121

ФГУП «ВНИИ СМТ» Т.В. Котова

gost.e-ecolog.ru