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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ EN 16024— 2015

УДОБРЕНИЯ

Определение 1Н-1,2,4-триазола в карбамиде и в удобрениях, содержащих карбамид методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

(EN 16024:2011, 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. № 982-ст межгосударственный стандарт ГОСТ EN 16024—2015 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июня 2016 г.

5 Настоящий стандарт идентичен европейскому региональному стандарту EN 16024:2011 Fertilizers - Determination of 1H-1,2,4-triazole in urea and in fertilizers containing urea - Method using high-performance liquid chromatography (HPLC). [Удобрения. Определение 1H-1,2,4-триазола в карбамиде и в удобрениях, содержащих карбамид. Метод высокоэффективной жидкостной хроматографии (HPLC)].

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 международным 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 Термины и определения .....
4 Сущность метода .....
5 Реактивы .....
6 Оборудование .....
7 Отбор и подготовка проб .....
8 Методика проведения испытания .....
9 Условия проведения ВЭЖХ .....
10 Определение с использованием ВЭЖХ .....
11 Обработка результатов анализа .....
12 Точность .....
13 Межлабораторные испытания .....
14 Повторяемость .....
15 Воспроизводимость .....
16 Протокол испытания .....
Приложение А (справочное) Статистические результаты межлабораторных испытаний .....
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным европейским региональным стандартам .....
Библиография .....

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

УДОБРЕНИЯ

Определение 1H-1,2,4-триазола в карбамиде и в удобрениях, содержащих карбамид, методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Fertilizers. Determination of 1H-1,2,4-triazole in urea and in fertilizers containing urea by high-performance liquid chromatography method

Дата введения – 2016 – 06 – 01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает требования к методу определения триазола в карбамиде или в удобрениях, содержащих карбамид, в присутствии дициандиамида или метилпиразола, с использованием высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ).

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 – Part 2: Sample preparation (Удобрения и известковые материалы. Отбор и подготовка проб. Часть 2. Подготовка проб)

EN 12944-1:1999 Fertilizers and liming materials – Vocabulary – Part 1: General terms (Удобрения и известковые материалы. Словарь. Часть 1. Общие термины)

EN 12944-2:1999 Fertilizers and liming materials. Vocabulary. Part 2. Terms relating to fertilizers (Удобрения и известковые материалы. Словарь. Часть 2. Термины, относящиеся к удобрениям)

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 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины по EN 12944-1:1999 и EN 12944-2:1999.

4 Сущность метода

Образцы удобрения растворяют в воде или экстрагируют водой. Содержание триазола в растворе определяют при помощи обращенно-фазной высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) с импульсным электрохимическим детектором.

5 Реактивы

Используют реактивы признанной аналитической чистоты.

5.1 Вода, дистиллированная или деминерализованная, с электропроводностью не более 0,5 мСм/м, по EN ISO 3696, третьей степени чистоты.

5.2 1Н-1,2,4-триазол.

5.3 Стандартный раствор триазола, плотностью 1 г/дм^3.

1 г триазола, взвешенного с погрешностью не более ± 0,1 мг, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, растворяют, доводят до метки водой и тщательно перемешивают.

5.4 Ацетонитрил, градиентной чистоты.

5.5 Буферный раствор.

8,9 г тригидрата гидрофосфата дикалия и 35,93 г гидрофосфата дикалия помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, добавляют приблизительно 750 см^3 воды, растворяют в ультразвуковой ванне и доводят до метки водой.

6 Оборудование

6.1 Весы лабораторные аналитические с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания ± 0,01 мг.

6.2 Ультразвуковая ванна.

6.3 Шприцевой фильтр для водных растворов; диаметр пор 0,25 мкм.

6.4 Прибор ВЭЖХ.

6.5 Система ввода проб.

6.6 Электрохимический детектор:

- рабочий электрод: золото;

- электрод сравнения: Ag+AgCl, KCl (с концентрацией 3 моль/см^3).

6.7 Колонка разделения неподвижной фазы ВЭЖХ, например (С8 10 мкм, 250 мм на 4 мм).

6.8 Посуда лабораторная стеклянная.

7 Отбор и подготовка проб

Отбор проб не является частью метода, указанного в настоящем стандарте. Рекомендуется метод отбора проб, приведенный в [1].

8 Проведение анализа

8.1 Приготовление анализируемого раствора

0,2 г образца, взвешенного с погрешностью не более ± 0,1 мг, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют приблизительно 70 см³ воды (см. 5.1), растворяют в ультразвуковой ванне (см. 6.2) и доводят до метки водой (см. 5.1). Раствор фильтруют в склянку через шприцевой фильтр (см. 6.3), осадок удаляют.

Этот раствор готов к определению.

8.2 Приготовление градуировочных растворов

Для получения градуировочного графика готовят следующую серию растворов, в соответствии с таблицей 1, из стандартного раствора триазола (см. 5.3) (каждую в мерной колбе вместимостью 100 см³).

Таблица 1 – Приготовление серии растворов

Массовая доля триазола, мг/дм³	Объем стандартного раствора (см. 5.3), мкдм³
0,1	10
0,3	30
0,7	70
1,0	100
3,0	300
5,0	500

7,0	700
10,0	1000

8.3 Условия проведения ВЭЖХ

Разделительная колонка, заполненная неподвижной фазой ВЭЖХ (6.7).

Температура колонки: 20 °С.

Подвижная фаза: ацетонитрил - вода (15:85, по объему).

Расход: 0,7 см³/мин.

Введенный объем: 10 см³.

Показания датчика: в соответствии с таблицей 2.

Таблица 2 – Показания датчика

Время сигнала, с	Напряжение, В	Интеграция
0,00	0,25	-
0,30	0,25	начало
0,60	0,25	конец
0,61	1,00	-
0,80	1,00	-
0,81	- 0,60	-
1,00	- 0,60	-

Подвижная фаза должна быть дегазирована, например, в ультразвуковой ванне (см. 6.2).

8.4 Определение с использованием ВЭЖХ

Для построения градуировочного графика в инжектор хроматографа вводят по 10 см³ каждого градуировочного раствора (см. 8.2) три раза. Градуировочный график может быть использован для определения содержания, если коэффициент корреляции превышает 0,99.

Примечание — Коэффициент корреляции рассчитывают в соответствии с методом наименьших квадратов.

Чтобы проверить работу системы оборудования, в инжектор хроматографа вводят по 10 см^3 градуировочного раствора три раза подряд, приготовленного в соответствии с 8.2, с содержанием триазола в нем 1 мг/дм^3. Как только определенное содержание находится в пределах допуска ±0,05 мг/дм^3 (5 %), система оборудования удовлетворяет требованиям для продолжения измерений анализируемого раствора. Вводят 10 см^3 анализируемого раствора три раза подряд.

Особое внимание должно быть уделено получению хорошего расстояния между пиками, чтобы избежать помех от других веществ, присутствующих в образце.

9 Обработка результатов

9.1 Расчет

Расчет проводят на основании градуировочного графика по площади пика.

Массовую долю 1Н-1,2,4-триазола w_{TZ}, %, рассчитывают по формуле

$$w_{TZ} = \frac{(A_{pk} - b)F_d 100}{am}, \quad (1)$$

где, A_{pk} — площадь пика;

b — ордината участка градуировочного графика;

F_d — коэффициент разбавления;

a — наклон градуировочного графика;

m — масса навески, мг.

9.2 Представление результатов

Вычисляют среднеарифметическое значение полученных результатов. Указывают результаты с точностью до 0,001 %.

10 Точность

10.1 Межлабораторный анализ

Межлабораторный анализ был проведен в 2009 г., где было задействовано восемь испытательных лабораторий и четыре различных образца удобрений. Результаты, полученные в данном испытании, приведены в приложении А. Повторяемость и воспроизводимость были рассчитаны в соответствии с [4], [5].

Значения, полученные в данном испытании, не могут быть применены в диапазонах концентраций и матриц (растворов), кроме указанных в приложении А.

10.2 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 3.

10.3 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, приведенных в таблице 3.

Таблица 3 – Средние значения пределов повторяемости и воспроизводимости

Образец	$\bar{x}$	r	R
UAN 1	0,0576	0,0024	0,0074
UAN 2	0,0718	0,0040	0,0211
Карбамид 1	0,0636	0,00483	0,0209

Карбамид 2	0,0701	0,00568	0,0195

11 Протокол испытания

Протокол испытания должен содержать:

a) информацию, необходимую для полной идентификации образца;

b) используемый метод анализа со ссылкой на настоящий стандарт;

c) полученные результаты анализа;

d) дату отбора проб и процедуру отбора проб (если известна);

e) дату завершения анализа;

f) было ли выполнено условие предела повторяемости;

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

Приложение А

(справочное)

Статистические результаты межлабораторных испытаний

Точность метода была установлена в 2009 г. в межлабораторных испытаниях с участием восьми испытательных лабораторий и на четырех образцах удобрений. Статистические результаты приведены в таблице А.1.

Таблица А.1 – Статистические результаты межлабораторных испытаний

Параметры	UAN 1	UAN 2	Карбамид 1	Карбамид 2
Год проведения испытания	2009	2009	2009	2009
Количество лабораторий	8	8	8	8
Количество лабораторий после исключения выбросов	7	7	5	5
Среднее значение $\bar{x}$, %	0,0576	0,0718	0,0636	0,0701
Стандартное отклонение повторяемости s_r, %	0,000 88	0,001 45	0,001 74	0,002 05
RSD_r (%)	1,52	2,02	2,74	2,92
Предел повторяемости r (2,77 s_r), %	0,0024	0,0040	0,00483	0,00568
Стандартное отклонение воспроизводимости S_R, %	0,002 68	0,007 61	0,007 55	0,007 02
RSD_R, %	4,66	10,60	11,87	10,02
Предел воспроизводимости R (2,77 s_R), %	0,0074	0,0211	0,020 9	0,0195

Приложение ДА

(справочное)

Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным европейским региональным стандартам

Таблица ДА.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 12944-1:1999 Удобрения и известковые материалы. Словарь. Часть 1. Общие термины	—	*
EN 12944-2:1999 Удобрения и известковые материалы. Словарь. Часть 2. Термины, относящиеся к удобрениям	—	*
EN ISO 3696:1995 Вода, используемая для аналитических лабораторий. Спецификация и методы анализа	—	*

Окончание таблицы ДА.1

* Соответствующий межгосударственный стандарт отсутствует. До его утверждения рекомендуется использовать перевод на русский язык данного европейского стандарта. Перевод данного европейского стандарта находится в Федеральном информационном фонде технических регламентов и стандартов.

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] EN 15360 Fertilizers – Determination of dicyandiamide – Method using high-perfomance liquid chromatography (HPLC)
[Удобрения. Определение дициандиамида. Метод использования высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ)]

[3] EN 15905 Fertilizers – Determination of 3-methylpyrazole (MP) using high-perfomance liquid chromatography (HPLC)
[Удобрения. Определение 3-метилпиразола (МП) использованием высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ)]

[4] 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]

[5] ISO 5725-2 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results – Part 2: Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method
[Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод

определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений]

[6] 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, химический анализ, определение содержания, мочевина, высокоэффективная жидкостная хроматография, проведение испытаний, расчет

gost.e-ecolog.ru