МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ EN 16328— 2016

УДОБРЕНИЯ

Определение 3,4-диметил-1Н-пиразол фосфата методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

(EN 16328:2012, IDT)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2016

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной 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 перевода на русский язык англоязычной версии указанного в пункте 5 стандарта,

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

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 29 марта 2016 г. № 86–П)

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
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 08 сентября 2016 г № 1100–ст межгосударственный стандарт ГОСТ EN 16328—2016 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 марта 2017 г.

5 Настоящий стандарт идентичен европейскому региональному стандарту EN 16328:2012 «Удобрения. Определение 3,4-диметил-1H-пиразол фосфата (DMPP) методом высокоэффективной жидкостной хроматографии (HPLC)» («Fertilizers – Determination of 3,4-dimethyl-1H-pyrazole phosphate () – Method using high-performance liquid chromatography (HPLC)», IDT).

Европейский стандарт разработан Европейским комитетом по стандартизации CEN/TC260 «Удобрения и известковые материалы».

Официальные экземпляры европейского регионального стандарта, на основе которого подготовлен настоящий межгосударственный стандарт, и европейских

региональных стандартов, на которые даны ссылки, имеются в Федеральном информационном фонде технических регламентов и стандартов.

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочных европейских региональных стандартов соответствующие им межгосударственные стандарты, сведения о которых приведены в дополнительном приложении ДА.

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений 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 (*gost.e-ecolog.ru

© Стандартинформ, 2016

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 Аппаратура

7 Отбор и подготовка проб

8 Метод анализа

8.1 Приготовление анализируемого раствора

8.2 Приготовление градуировочных растворов

8.3 Условия проведения ВЭЖХ

8.4 Определение ВЭЖХ

9 Обработка результатов

10 Прецизионность

10.1 Межлабораторные испытания

10.2 Повторяемость

10.3 Воспроизводимость

11 Протокол испытаний

Приложение А (справочное) Результаты межлабораторных испытаний

А.1 Межлабораторные испытания

А.2 Статистические результаты

Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных европейских региональных стандартов межгосударственным 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 3,4-диметил-1Н-пиразол фосфата методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Fertilizers. Determination of 3,4-dimethyl-1H-pyrazole phosphate using high-performance liquid chromatography

Дата введения — 2017 — 03 — 01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения 3,4-диметил-1Н-пиразол фосфата (ДМФП, номер по реестру CAS: 202842-98-6) в минеральных, азотсодержащих удобрениях методом высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ).

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты. Для датированных ссылок применяют только указанное издание ссылочного документа. Для недатированных ссылок применяют последнее издание ссылочного документа (включая все его изменения).

EN 1482-2:2007 Fertilizers and liming materials – Sampling and sample preparation – Part 2: Sample preparation (Удобрения и известковые материалы. Отбор и подготовка проб. Часть 2. Подготовка проб)

Издание официальное

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

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

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 или экстрагируют водой. Концентрацию 3,4-диметил-1Н-пиразол фосфата определяют в разбавленном водном растворе методом высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) при обратной фазе, используя УФ-детектор.

5 Реактивы

ВНИМАНИЕ – Описанный метод включает применение опасных материалов. Особое внимание необходимо уделять технологии, организации и индивидуальным средствам измерений.

Используют реактивы только известной степени чистоты.

5.1 Вода деионизированная.

5.2 Ацетонитрил степени чистоты ВЭЖХ.

5.3 Моногидрат-дигидрогенфосфат натрия, $NaH_2PO_4 \cdot H_2O$

5.4 3,4-диметил-1Н-пиразол фосфат чистотой более 99 %.

6 Аппаратура

6.1 Ультразвуковая ванна и магнитная мешалка.

6.2 Фильтровальная установка с ручной фильтрацией или с фильтрацией при высоком давлении мембранным фильтром 0,45 мкм или аналогичный фильтр.

Примечание – Фильтрация при высоком давлении эффективна для сложных образцов.

6.3 Установка ВЭЖХ для изократической операции с УФ-детектором.

6.4 Вычислительная установка.

6.5 Разделительная колонка с обращенной фазой ВЭЖХ, например С18, 5 мкм, 150 мм × 4,6 мм.

Примечание – При удовлетворительных показателях разделения может быть использована более короткая колонка.

6.6 Аналитические весы, способные взвешивать с погрешностью не более 0,001 г.

7 Отбор и подготовка пробы

Отбор проб не является частью метода настоящего стандарта. Рекомендуемый отбор проб представлен в [1].

Подготовка проб должна быть проведена в соответствии с EN 1482-2.

8 Метод анализа

8.1 Приготовление анализируемого раствора

Взвешивают (30 ±0,001) г образца (*m*) в мерной колбе вместимостью 1000 см^3. Добавляют примерно 900 см^3 воды (5.1) и растворяют образец в ультразвуковой

ванне (6.1) в течение 15 мин. Полностью заполняют колбу водой (5.1). Фильтруют часть анализируемого раствора через мембранный фильтр (6.2), чтобы удалить возможные примеси.

8.2 Приготовление градуировочных растворов

Готовят не менее четырех градуировочных растворов не менее, чем из двух взвешенных образцов (маточные растворы) в присутствии 3,4-диметил-1Н-пиразол фосфата (5.4). Интервал концентраций должен быть 3 - 100 мг/дм^3.

8.3 Условия проведения ВЭЖХ

- разделительная колонка: заполненная обратной фазой ВЭЖХ (6.5);

- температура колонки - комнатная;

- элюирующий агент растворяют 1,38 г $NaH_2PO_4 \cdot H_2O$ (5.3) в 1 дм^3 воды и добавляют 175 см^3 ацетонитрила (5.2);

- элюирующий агент должен быть дегазирован, например, в ультразвуковой ванне (6.1);

- скорость потока 1,5 см^3/мин;

- объем впрыска 10 мм^3;

- длина волны 224 нм;

- время удерживания ДМФП (при скорости потока 1,5 см^3/мин) приблизительно 5,3 мин.

8.4 Определение ВЭЖХ

Для построения графика градуировки вводят 10 мм^3 каждого градуировочного раствора три раза в последовательном порядке. Методом наименьших квадратов вычисляют градуировочную кривую и коэффициент корреляции p. Градуировочную кривую можно использовать для определения концентраций при $p \geq 0,99$.

Анализируемый раствор вводят последовательно два раза.

9 Обработка результатов

Проводят вычисления по базовой градуировочной кривой, проведенной через пики графиков.

Рассчитывают содержание фосфата 3,4-диметил-1Н-пиразола $\omega_{ДМФП}$, мг/кг, сухого образца делением на содержание удобрения (масса/объем) анализируемого в соответствии с формулой (1)

$$\omega_{ДМФП} = \frac{(A_{pk} - b)F_d \cdot 100 \cdot 194,2}{am \cdot 96,1} \cdot 10000, \quad (1)$$

где A_{pk} – высота или площадь пика;

b – участок прямой калибровочной линии на оси ординат;

a – тангенс угла наклона прямой калибровочной линии;

F_d – коэффициент разбавления;

m – масса образца, мг.

Вычисляют среднеарифметическое значение для обоих полученных значений. Записывают результаты с точностью до 0,001 мг/кг.

10 Прецизионность

10.1 Межлабораторные испытания

Информация о межлабораторных испытаниях, проведенных в 2010 г., и прецизионности метода, представлены в приложении А.

Значения, полученные при межлабораторных испытаниях, не могут быть применены к концентрационным пределам и формам, которые отличаются от приведенных в приложении А.

10.2 Повторяемость

Абсолютное расхождение между двумя результатами независимых единичных

анализов, 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, должно не более чем в 5 % случаев превышать значения пределов повторяемости *r*, приведенные в таблице 1.

10.3 Воспроизводимость

Абсолютное расхождение между двумя результатами независимых единичных анализов, полученными одним и тем же методом на идентичных объектах испытаний, в разных лабораториях разными исполнителями с использованием разного оборудования, должно не более чем в 5 % случаев превышать значения воспроизводимости *R*, приведенные в таблице 1.

Таблица 1 – Среднеарифметические значения, пределы повторяемости и воспроизводимости

В мг/кг

Образец	$\bar{x}$	*r*	*R*
Образец 1 Сульфат-нитрат аммония	0,0255	0,0026	0,0074
Образец 2 NPK 24+8+7	0,0553	0,0028	0,0119
Образец 3 NPK 13+10+20	0,1119	0,0051	0,0254

11 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать:

a) всю информацию, необходимую для полной идентификации образца;

b) метод анализа, используемый со ссылкой на настоящий стандарт;

c) полученные результаты анализа;

d) дату проведения отбора и подготовки проб (если известна);

e) дату окончания анализа;

f) информация о выполнении условий предела повторяемости;

g) все детали операций, не указанные в настоящем документе или рассматриваемые как дополнительные, а также сведения о любых случаях, которые имели место при проведении метода и которые могли повлиять на результат(ы) испытаний.

Приложение А

(справочное)

Результаты межлабораторных испытаний

А.1 Межлабораторные испытания

Прецизионность метода была оценена в 2010 г. при межлабораторных испытаниях с участием девяти лабораторий и с использованием трех образцов удобрений. Значения повторяемости и воспроизводимости были вычислены в соответствии с [3] и [4].

А.2 Статистические результаты

Статистические результаты приведены в таблице А.1.

Таблица А.1 – Статистические результаты межлабораторных испытаний ДМФП методом ВЭЖХ

Параметр	Образец 1	Образец 2	Образец 3
Год проведения испытаний	2010	2010	2010
Количество задействованных лабораторий	9	9	9
Количество лабораторий после исключения выбросов	7	8	8
Среднеарифметическое значение $\bar{x}$, мг/кг	1700	1270	706
Стандартное отклонение повторяемости S_r, мг/кг	30	20	20
RSD_r мг/кг	2	1,9	3
Предел повторяемости r, мг/кг	90	70	56
Стандартное отклонение воспроизводимости S_R, мг/кг	60	150	75
RSD_R, мг/кг	4	11,6	11
Предел воспроизводимости R, мг/кг	170	410	210

Примечание – В настоящей таблице использованы следующие условные обозначения:

RSD_r – относительное стандартное отклонение повторяемости

RSD_R – относительное стандартное отклонение воспроизводимости

Приложение ДА

(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных европейских региональных стандартов межгосударственным стандартам

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного европейского регионального стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего межгосударственного стандарта
EN 1482-2:2007	IDT	ГОСТ EN 1482-2—2013 «Удобрения и известковые материалы. Отбор проб и подготовка проб. Часть 2. Подготовка проб»
EN 12944-1:1999	—	*
EN 12944-2:1999	—	*

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

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

IDT – идентичный стандарт.

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

[3] 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]

[4] 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]

[5] 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. 1—194 [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 631.82:006.354 МКС 65.080 IDT

Ключевые слова: удобрения, определение 3,4-диметил-1Н-пиразол фосфата, высокоэффективная жидкостная хроматография

Руководитель разработки
Зам. начальника отдела 11
ФГУП «ВНИИ СМТ» И.А. Косоруков

Ответственный исполнитель
Инженер отдела 11
ФГУП «ВНИИ СМТ» А.С. Кузьмина

gost.e-ecolog.ru