МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ EN 15688— 2016

УДОБРЕНИЯ

Определение N-(n-бутил)тиофосфорного триамида ингибитора уреазы методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

(EN 15688:2008, IDT)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2016

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены в 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 европейского регионального стандарта

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

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 20 апреля № 87–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 27 сентября 2016 г. № 1227–ст межгосударственный стандарт ГОСТ EN 15688—2016 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 марта 2017 г.

5 Настоящий стандарт идентичен европейскому региональному стандарту EN 15688:2008 «Удобрения. Определение N-(n-бутил)тиофосфорного триамида (NBPT) ингибитора уреазы с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ)» («Fertilizers –Determination of urease inhibitor N-(n-butyl)thiophosphoric triamide (NBPT) using high-perfomance liquid chromatography (HPLC)», IDT).

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

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 (www.gost.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 пробы .....

8 Проведение анализа .....

9 Обработка результатов.....

10 Прецизионность.....

11 Протокол испытаний.....

Приложение А (справочное) Результаты межлабораторных испытаний .....

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 N-(n-бутил)тиофосфорного триамида ингибитора уреазы методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Fertilizers. Determination of urease inhibitor N-(n-butyl)thiophosphoric triamide using high-perfomance liquid chromatography

Дата введения — 2017 — 03 — 01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод количественного определения методом высокоэффективной жидкостной хроматографии N-(n-бутил)тиофосфорного триамида (NBPT) ингибитора уреазы, содержащегося в растворимых в воде формах, т. е. в удобрениях на основе карбамида.

Примечание – Для построения градуировочного графика при количественном определении требуется стандартный образец NBPT.

2 Нормативные ссылки

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

Издание официальное

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)

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)

EN ISO 3696 Water for analytical laboratory use – Specification and test methods (ISO 3696:1987) (Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы испытаний)

3 Термины и определения

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

4 Сущность метода

Метод анализа основан на принципах жидкостной хроматографии, с поглощением в ультрафиолетовой области для обнаружения разделенных соединений.

5 Реактивы

5.1 Основные принципы

Используют реактивы только известной степени чистоты и дистиллированную

или деминерализованную воду (степени чистоты 3 в соответствии с EN ISO 3696).

5.2 Реактивы для жидкостной хроматографии

5.2.1 Ацетонитрил, степени чистоты для хроматографии (HPLC) или спектроскопической чистоты.

5.2.2 Вода, Milli-Q очищенная или эквивалентной чистоты.

5.2.3 N-(n-бутил)тиофосфорного триамида (NBPT), например Sigma, B-3292, минимум 98 % n-бутил тиофосфорного триамида или TRC, catnr. B694000[1]

5.2.4 Карбамид, ч. д. а.

5.3 Градуировочные растворы

5.3.1 Маточный раствор, ρ = 0,20 мг NBPT/см^3.

Взвешивают 50 мг NBPT в мерной колбе вместимостью 250 см^3 и доводят до метки водой.

5.3.2 Градуировочный раствор, ρ = 0,01 мг/см^3.

Разбавляют 5,00 см^3 маточного раствора NBPT (5.3.1) водой до объема 100 см^3.

5.3.3 Градуировочный раствор, ρ = 0,05 мг/см^3.

Разбавляют 25,00 см^3 маточного раствора NBPT (5.3.1) водой до объема 100 см^3.

5.3.4 Градуировочный раствор, ρ = 0,12 мг/см^3.

Разбавляют 60,00 см^3 маточного раствора NBPT (5.3.1) водой до объема 100 см^3.

5.3.5 Раствор для холостого анализа, вода.

[1] Sigma B-3292 и TRC, catnr B694000 являются примером подходящих растворов, которые имеются в продаже. Данная информация приведена для удобства пользователей настоящего стандарта и не основана на поддержке CEN данного продукта. Эквивалентные продукты могут быть использованы, если будет доказано, что их использование дает аналогичные результаты.

6 Аппаратура

6.1 Аппаратура ВЭЖХ

6.1.1 Автоматическое смешивание бинарных систем элюента.

6.1.2 Автоматическое устройство впрыска, способное впрыскивать 30 мм^3.

6.1.3 Датчик поглощения УФ, работающий при длине волны до 200 нм.

6.1.4 Интегрирующее устройство записи площади пика.

6.2 Условия проведения ВЭЖХ

Могут быть использованы две альтернативные системы, описанные в таблице 1. Могут быть использованы колонки, эквивалентные упомянутым в А и В.

Таблица 1 – Альтернативные системы ВЭЖХ: А и В

Наименование параметра	А	В
Колонка	С18 Нуклеосил (250 × 4 мм) 5 мкм	LiChroSpher RP-8 (250 × 4 мм) 5 мкм
Подвижная фаза	MeCN + H_2O 10 + 90	MeCN + H_2O 15 + 85
Скорость потока	1,0 см^3/мин	1,0 см^3/мин
Объем впрыска	30 мм^3	30 мм^3
Длина волны	Поглощение УФ при 205 нм	Поглощение УФ при 203 нм
Время выполнения	От 30 мин до 35 мин	От 20 мин до 25 мин
Ожидаемое время t_R NBPT	8 мин	7 мин

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 Проведение анализа

8.1 Подготовка образца для анализа

Взвешивают с точностью до 0,001 г 5 г образца для анализа, растворяют, перемешивая, в 250 см^3 воды.

8.2 Градуировка

Используют градуировочный или маточный раствор, чтобы определить время удерживания NBPT в системе ВЭЖХ.

На основе анализа градуировочных растворов вычисляют коэффициент чувствительности NBPT, R, в системе ВЭЖХ. Каждый градуировочный раствор анализируют дважды.

Обработку результатов см. раздел 9.

8.3 Холостой анализ

Для каждой серии определений проводят холостой анализ, используя образец карбамида в соответствии с 5.2.4, не содержащий NBPT.

8.4 Контрольный анализ

Проведение контрольного анализа зависит от варианта оценки. Для оценки пригодности системы может быть использована прецизионность и линейность результатов, полученных для градуировочных растворов.

9 Обработка результатов

Содержание NBPT в анализируемом растворе вычисляют с помощью метода внешнего стандарта. Массовую долю NBPT ω_{NBPT}, %, сухого образца вычисляют по формуле

$$\omega_{NBPT} = 100\frac{A}{RVm4}, \quad (1)$$

где A – площадь пика для NBPT;

R – коэффициент чувствительности (см. формулу (2)) (площадь пика/мкг NBPT);

V – объем впрыска, мм^3;

m – масса образца, использованного для приготовления анализируемого раствора (250 см^3, см.8.1), г.

Коэффициент чувствительности внешнего стандарта R вычисляют из среднеарифметических значений площадей пика и массовых концентраций NBPT трех градуировочных растворов в соответствии со следующей формулой

$$R = \frac{R_{c1} + R_{c2} + R_{c3}}{3} = \frac{A_{c1} + A_{c2} + A_{c3}}{(\rho\mathrm{NBPT}_{c1} \cdot V_{c1}) + (\rho\mathrm{NBPT}_{c2} \cdot V_{c2}) + (\rho\mathrm{NBPT}_{c3} \cdot V_{c3})}, \qquad (2)$$

где R_{c1}, R_{c2}, R_{c3} – коэффициенты чувствительности градуировочных растворов;

A_{c1}, A_{c2}, A_{c3} – площади пиков градуировочных растворов;

$\rho\mathrm{NBPT}_{c1}$ – массовая концентрация NBPT градуировочного раствора С1, мг/см^3;

$\rho\mathrm{NBPT}_{c2}$ – массовая концентрация NBPT градуировочного раствора С2, мг/см^3;

$\rho\mathrm{NBPT}_{c3}$ – массовая концентрация NBPT градуировочного раствора С3, мг/см^3;

V_{c1}, V_{c2}, V_{c3} – объем впрыска градуировочного раствора, мм^3.

10 Прецизионность

10.1 Межлабораторные испытания

Межлабораторные испытания были проведены в 2006 г. при участии семи лабораторий и трех различных образцов удобрений. С помощью данных испытаний были получены данные, представленные в приложении А. Повторяемость и воспроизводимость были рассчитаны в соответствии с ISO 5725-1 [2].

Значения, полученные с помощью этих межлабораторных испытаний 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, будет не более чем в 5 % случаев превышать значения пределов повторяемости r, приведенные в таблице 2.

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 пределов воспроизводимости R, приведенных в таблице 2.

Таблица 2 – Среднеарифметические значения, пределы повторяемости и воспроизводимости

Образец	x	r	R
Мочевина на основе образца 1	0,0255	0,0026	0,0074
Мочевина на основе образца 2	0,0553	0,0028	0,0119
Мочевина на основе образца 3	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) было ли выполнено требование предела повторяемости;

g) все детали операций, не указанные в настоящем документе 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) анализов.

Приложение А

(справочное)

Результаты межлабораторных испытаний

Прецизионность метода была определена в 2006 г. в межлабораторных испытаниях при участии семи лабораторий и проведена на трех образцах удобрения. Статистические результаты приведены в таблице А.1.

Таблица А.1 – Статистические результаты межлабораторных испытаний

Наименование параметра	Образец 1	Образец 2	Образец 3
Год проведения испытания	2006	2006	2006
Число задействованных лабораторий	7	7	7
Число лабораторий после исключения выбросов	7	7	7
Среднеарифметическое значение $\bar{x}$, %	0,0255	0,0553	0,1119
Стандартное отклонение повторяемости s_r, %	0,0009	0,0010	0,0018
RSD_r, %	4	1,8	1,6
Предел повторяемости $r\,(2{,}83 s_r)$, %	0,0026	0,0028	0,0051
Стандартное отклонение воспроизводимости S_R, %	0,0026	0,0043	0,0091
RSD_R, %	10	7,7	8,1
Предел воспроизводимости $R\,(2{,}83 s_R)$, %	0,074	0,0119	0,0254

Приложение ДА

(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных европейских региональных стандартов ссылочным 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	—	*
EN ISO 3696:1995	—	*

* Соответствующий межгосударственный стандарт отсутствует. До его принятия рекомендуется использовать перевод на русский язык данного европейского регионального 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. 1—194 [Правила (ЕС) № 2003/2003 Европейского Парламента и Совета от 13 октября 2003 г., относящиеся к удобрениям // Официальный журнал L 304, 21/11/2003 стр. 1—194]

УДК 631.82:006.354 МКС 65.080 IDT

Ключевые слова: удобрения, N-(n-бутил)тиофосфорного триамид, ингибитор уреазы, 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