МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ EN 15905— 2015

УДОБРЕНИЯ

Определение 3-метилпиразола методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

(EN 15905:2010, 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)

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. № 979-ст межгосударственный стандарт ГОСТ EN 15905–2015 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июня 2016 г.

5 Настоящий стандарт идентичен европейскому региональному стандарту EN 15905:2010 Fertilizers – Determination of the 3-methylpyrazole (MP) using high-performance liquid chromatography (HPLC). [Удобрения. Определение 3-метилпиразола (МП) методом 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 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 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

© 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 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Термины и определения 1
4 Сущность метода 1
5 Реактивы 1
6 Оборудование 1
7 Отбор и подготовка проб 2
8 Проведение анализа 2
8.1 Приготовление раствора образца 2
8.2 Приготовление градуировочных растворов 2
8.3 Условия проведения ВЭЖХ 2
8.4 Проведение анализа 2
9 Обработка результатов 3
9.1 Расчет 3
9.2 Выражение результатов 3
10 Прецизионность 3
10.1 Межлабораторные испытания 3
10.2 Повторяемость 3
10.3 Воспроизводимость 3
11 Протокол испытаний 3
Приложение А (справочное) Результаты межлабораторного эксперимента 5
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным международным стандартам 6
Библиография 7

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-метилпиразола методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Fertilizers. Determination of the 3-methylpyrazole by high-performance liquid chromatography method

Дата введения — 2016—06—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения 3-метилпиразола (МП) содержащегося в удобрениях, в частности в карбамиде и материалах, содержащих карбамид, 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 для лабораторного анализа. Технические требования и методы испытания (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

Образец удобрения растворяют в воде или экстрагируют водой. 3-метилпиразол определяют обратно-фазовой высокоэффективной жидкостной хроматографией с УФ-детектором.

5 Реактивы

Используют реагенты только аналитической степени чистоты (ч.д.а.) и дистиллированную или деминерализованную воду (3 степени в соответствии с ISO 3696:1995).

5.1 Ацетонитрил, для хроматографии.

5.2 Деионизированная вода, проводимостью менее чем 0,5 мСм/м в соответствии с ISO 3696, 3 степени.

5.3 3-метилпиразол.

6 Оборудование

6.1 Весы аналитические с точностью взвешивания не менее 0,1 мг.

6.2 Ультразвуковая ванна.

6.3 Фильтровальное оборудование для ручной фильтрации или фильтрации под давлением.

Издание официальное

6.4 Мембранный фильтр, размер пор не более 0,45 мкм.

Примечание – Для образцов, которые сложно отфильтровать, используют фильтрацию под давления.

6.5 Мерные колбы вместимостью 100 и 1000 $см^3$.

6.6 Аппарат ВЭЖХ, с возможностью проведения анализа в изократическом режиме (с постоянным составом элюента).

6.7 Система подачи образца.

6.8 УФ-детектор.

6.9 Система оценки, т.е. электронный интегратор.

6.10 Разделительная колонка обратно-фазового ВЭЖХ, например С18 10 мкм, 250 мм × 4 мм.

Примечание – При подходящих показателях разделения возможно использование разделительной колонки с меньшей длиной. Вместо колонки С18 может быть использована колонка с гидроксильной фазой.

7 Отбор и подготовка проб

Отбор проб не является частью метода, установленного в настоящем стандарте. Рекомендуемый метод отбора проб приведен в EN 1482-1.

Подготовку проб осуществляют в соответствии с EN 1482-2.

8 Проведение анализа

8.1 Приготовление раствора образца

Навеску пробы, содержащую примерно 8 мг 3-метилпиразола, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$. Добавляют примерно 750 $см^3$ воды (5.2) и помещают колбу в ультразвуковую ванну (6.2). Доводят раствор водой (5.2) до метки и фильтруют часть раствора образца через мембранный фильтр (6.3; 6.4) для удаления всех нерастворенных веществ, которые могут находиться в растворе. Полученный раствор используют для дальнейшего определения.

Примечание – Навеску жидких удобрений типа «нитрат аммония – карбамид» взвешивают в количестве 10 г с точностью 10 мг. Исходя из соображений однородности, навеска твердых удобрений должна составлять 100 г, взвешенная с точностью до 0,1 г. В этом случае необходимо разбавление фильтрата в соотношении 1:9, что должно быть учтено при расчете результатов анализа.

8.2 Приготовление градуировочных растворов

Взвешивают 1 г 3-метилпиразола (5.3) с точностью до 0,1 мг и помещают в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$. Растворяют в небольшом количестве воды (5.2), доливают водой до метки и хорошо перемешивают. Пипеткой отбирают 10 $см^3$ полученного раствора и переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, затем доводят водой (5.2) до метки и снова тщательно перемешивают. Пипеткой отбирают 5, 10 и 15 $см^3$ полученного раствора и помещают в три мерные колбы, вместимостью 100 $см^3$ каждая. Доводят раствор в каждой колбе до метки водой (5.2) и тщательно перемешивают. Полученные растворы используют для построения градуировочного графика.

8.3 Условия проведения ВЭЖХ

Разделительная колонка: с нанесенной обратной фазой для ВЭЖХ.
Температура колонки: комнатная температура.
Элюирующий агент: вода/ацетонитрил (5.1) в об. отношении 80/20.
Скорость потока: от 0,8 $см^3$/мин до 1,2 $см^3$/мин.
Вводимый объем: 20 $мкдм^3$.
Длина волны: 214 нм.
Элюирующий агент должен быть дегазирован, например, в ультразвуковой ванне (6.2).

8.4 Проведение анализа

Для построения градуировочного графика в хроматограф вводят по 20 $мкдм^3$ каждого из трех градуировочных растворов (8.2) по три раза. Градуировочный график может быть использован для определения содержания при коэффициенте корреляции ≥ 99.

Коэффициент корреляции рассчитывают в соответствии с методом наименьших квадратов.
Раствор образца последовательно вводят два раза в хроматограф.

9 Обработка результатов

9.1 Расчет

Проводят оценку высот пиков или площадей пиков по градуировочному графику. Массовую долю 3-метилпиразола $w_{МР}$, %, вычисляют по формуле

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

где A_{pk} – высота или площадь пика;
b – ордината калибровочной кривой;
F_d – фактор растворения;
a – высота калибровочной кривой;
m – масса образца, мг.

9.2 Выражение результатов

Вычисляют среднеарифметическое значение двух полученных результатов. Результат записывают с точностью до 0,001 %.

10 Прецизионность

10.1 Межлабораторные испытания

Межлабораторные испытания были проведены в 2008 г. в девяти независимых лабораториях и на двух разных образцах удобрений. В результате межлабораторных испытаний были получены данные, приведенные в приложении А. Повторяемость и воспроизводимость были рассчитаны в соответствии с ISO 5725-1 и ISO 5725-2.

Оценки, полученные в ходе межлабораторных испытаний, могут быть не применимы к диапазонам концентраций и матрицам, отличным, от указанных в приложении А.

10.2 Повторяемость

Абсолютная разница 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, не более чем в 5 % случаев превышает значение r, указанное в таблице 1.

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, не более чем в 5 % случаев превышает значение R, указанное в таблице 1.

Таблица 1 – Среднее значение, пределы повторяемости и воспроизводимости

Образец	$\bar{x}$	r	R
Жидкий образец 1	0,0304	0,0003	0,0039
Жидкий образец 2	0,0305	0,0009	0,0039

11 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать:
a) всю информацию, необходимую для полной идентификации образца;
b) метод определения со ссылкой на настоящий стандарт
c) результат проведенного анализа
d) дату отбора проб и методику отбора проб (если известно)

e) дату окончания анализа

f) выполнялись ли при измерениях требования 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) испытаний.

Приложение А
(справочное)

Результаты межлабораторного эксперимента

Прецизионность метода была определена в 2008 г. в межлабораторных испытаниях, в которых участвовало девять лабораторий и два различных жидких образца удобрений для анализа. Статистические результаты приведены в таблице А.1.

Таблица А.1

Параметр	Жидкий образец 1	Жидкий образец 2
Год проведения	2008	2008
Количество участвующих лабораторий	9	9
Количество лабораторий после исключения выбросов	8	9
Среднее значение $\overline{x}$, % (массовая доля)	0,0304	0,0345
Стандартное отклонение повторяемости S_r, (%) (массовая доля)	0,0001	0,0003
Относительное стандартное отклонение повторяемости RSD_r, % (массовая доля)	0,30	0,93
Предел повторяемости r, % (массовая доля)	0,0003	0,0009
Стандартное отклонение воспроизводимости S_R, % (массовая доля)	0,0014	0,0014
Относительное стандартное отклонение воспроизводимости RSD_R, % (массовая доля)	4,63	4,03
Предел воспроизводимости R, % (массовая доля)	0,0039	0,0039

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным международным стандартам

Таблица ДА.1

Обозначение и наименование международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование межгосударственного стандарта
EN 1482-2:2007 Удобрения и известковые материалы. Отбор проб и подготовка проб. Часть 2. Подготовка проб	IDT	ГОСТ EN 1482-2—2013 Удобрения и известковые материалы. Отбор проб 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 для лабораторного анализа. Технические требования и методы испытания	—	*

* Соответствующий национальный стандарт отсутствует. До его утверждения рекомендуется использовать перевод на русский язык данного международного 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. Основные положения и определения)

[3] 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)

[4] 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 (Распоряжение (ЕС) N2003/2003 Европейского Парламента и Совета Европейского Союза от 13 октября 2003 об удобрениях, Официальный журнал L 304, 21.11.2003, p. 1—194)

УДК 661.152:006.354 МКС 65.080 IDT

Ключевые слова: удобрения, химический анализ, определения содержания, карбамид, методы анализа, высоко эффективная жидкостная хроматография, проведение анализа, расчет результатов анализа, прецизионность

Редактор *В.М. Костылева*
Технический редактор *А.Б. Заварзина*
Корректор *В.Г. Смолин*
Компьютерная верстка *Д.Е. Першин*

Сдано в набор 24.09.2015. Подписано в печать 8.10.2015. Формат 60x841/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,00. Тираж 32 экз. Зак. 3376.

Набрано в ООО «Академиздат».
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru
Издано и отпечатано во
ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru