МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ EN 16075— 2014

УДОБРЕНИЯ

Определение N-(2-нитрофенил)фосфорного триамида (2-NPT) в карбамиде и удобрениях, содержащих карбамид методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

(EN 16075:2011, IDT)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2014

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 центр стандартизации, информации и сертификации сырья, материалов и веществ» (ФГУП «ВНИЦСМВ») на основе собственного аутентичного перевода на русский язык стандарта, указанного в пункте 4

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

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 30 июля 2014 г. № 68-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
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Молдавия	MD	Молдова-Стандарт
Украины	UA	Минэкономразвития Республики Украина
Россия	RU	Росстандарт

4 Настоящий стандарт идентичен европейскому стандарту EN 16075 Fertilizers – Determination of N-(2-nitrophenyl)phosphoric triamide (2-NPT) in urea and fertilizers containing urea - Method using high-performance liquid chromatography (HPLC) (Удобрения. Определение N-(2-нитрофенил)фосфорного триамида в карбамиде и в удобрениях, содержащих карбамид. Метод высокоэффективной жидкостной хроматографии). Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным международным стандартам приведены в дополнительном приложении ДА.

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

Перевод с английского языка (en).

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

Степень соответствия – идентичная (IDT)

5 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 22 сентября 2014 г. № 1164-ст межгосударственный стандарт ГОСТ EN 16075—2014 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2016 г.

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, 2014

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

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-(2-нитрофенил)фосфорного триамида (2-NPT) в карбамиде и удобрениях, содержащих карбамид, методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Fertilizers - Determination of N-(2-nitrophenyl)phosphoric triamide (2-NPT) in urea and fertilizers containing urea using high-performance liquid chromatography

Дата введения — 2016—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения N-(2-нитрофенил) фосфорного триамида (2-NPT) в карбамиде или удобрениях, содержащих карбамид с использованием высокоэффективной жидкостной хроматографии (HPLC).

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 проб 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 почв. 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 почв. 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 испытаний) (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 и экстрагируют водой. 2-NPT определяют высокоэффективной жидкостной хроматографией обратной фазы с УФ-детектором.

5 Реактивы

Используют реактивы только аналитической степени чистоты и дистиллированную или деминерализованную воду (электропроводимостью менее 0,5 мСм/м, соответствующую степени чистоты 3 по EN ISO 3696).

5.1 N-(2-нитрофенил) фосфорный триамид известной чистоты.

5.2 Стандартный раствор 2-NPT, $\rho = 1$ г/см^3.

В мерной колбе вместимостью 1000 см^3 взвешивают с точностью до 0,1 мг $1/R$ г 2-NPT, где R – чистота 2-NPT. Растворяют и доводят до метки водой, хорошо взбалтывают. Полученный раствор стабилен примерно в течение четырех недель.

5.3 Метанол.

5.4 *н*-Гексан.

6 Оборудование

6.1 Аналитические весы с точностью измерения 0,1 мг или более.
6.2 Ультразвуковая баня.
6.3 Шприцевый фильтр для водных растворов с размером пор 0,45 мкм.
6.4 Жидкостный хроматограф (HPLC).
6.5 Система ввода пробы.
6.6 УФ-детектор.
6.7 Колонка для HPLC с обратной фазой[1)].
6.8 Лабораторная посуда.

7 Отбор и подготовка проб

Отбор проб не является частью метода, установленного в настоящем стандарте. Рекомендуемый метод отбора проб приведен в стандарте [1].

Подготовку проб проводят в соответствии с EN 1482-2.

8 Проведение испытаний

8.1 Приготовление испытуемого раствора

В мерной колбе вместимостью 100 $см^3$ взвешивают примерно 5 г образца (m) с точностью до 0,1 мг, добавляют примерно 70 $см^3$ воды, растворяют в ультразвуковой бане (6.2) и доводят до метки водой. Фильтруют раствор в емкость при помощи шприцевого фильтра (6.3) для удаления модификаторов. Данный раствор используют для испытаний.

Примечание – Если в качестве модификатора используют парафин, –см. 8.2.

8.2 Приготовление испытуемого раствора в случае присутствия парафинов в качестве модификаторов

В мерной колбе вместимостью 100 $см^3$ взвешивают примерно 5 г образца (*m'*) с точностью до 0,1 мг, добавляют примерно 70 $см^3$ воды, растворяют в ультразвуковой бане (6.2) и доводят до метки водой. Добавляют в раствор 2 $см^3$ *н*-гексана (5.4), тщательно перемешивают и переливают раствор в разделительную воронку. *Н*-гексан с растворенными парафинами образует верхний слой над водным раствором определяемого вещества. После разделения фильтруют водный раствор в емкость при помощи шприцевого фильтра (6.3).

8.3 Приготовление градуировочных растворов

Для получения градуировочного графика готовят несколько растворов разбавлением стандартного раствора 2-NPT (5.2) до массовой концентрации, указанной в таблице 1 (каждый раствор находится в мерной колбе вместимость 100 $см^3$).

Таблица 1 Приготовление градуировочных растворов

Массовая концентрация 2-NPT, мг/$см^3$	Объем стандартного раствора (5.2), мкл
0,5	50
1,0	100
5,0	500
10,0	1000
20,0	2000

8.4 Параметры хроматографирования

Температура колонки: комнатная температура.
Раствор элюента: смесь вода/метанол 50+50 (объемные доли).
Расход газа: 0,5 $см^3$/мин.
Объем ввода: 20 мкл.
Длина волны: 214 нм.

Раствор элюента должен быть дегазирован например в ультразвуковой бане.

8.5 Хроматографическое определение

[1)] Примером доступной на рынке продукции является Synergi Fusion RP80 4 мкм, 250 × 4,6 мм или аналогичная. Данная информация предоставлена для удобства пользователей настоящего стандарта и не является одобрением данной продукции со стороны CEN.

Для построения градуировочного графика вводят три раза по 20 мкл каждого раствора градуировки (8.3). Градуировочный график может быть использован для определения содержания 2-NPT в случае, если коэффициент корреляции ≥0,99.

Примечание – Коэффициент корреляции рассчитывают методом наименьших квадратов.

Последовательно два раза вводят 20 мкл испытуемого раствора. Полученные результаты должны быть в пределах градуировочного графика. В ином случае испытуемый раствор (8.1 или 8.2) должен быть разбавлен.

9 Вычисления и оформление результатов

9.1 Вычисления

Проводят оценку на основании градуировочного графика по площади пиков. Рассчитывают содержание 2-NPT, $w_{2\text{-NPT}}$, %, по следующей формуле

$$w_{2-\text{NPT}} = \frac{(A_{\text{pk}} - b)V\,100}{a\,m} \qquad (1)$$

где

A_{pk} — площадь пика;

b — точка пересечения градуировочного графика с осью ординат

V — объем введенной пробы, в литрах

a — тангенс угла наклона градуировочного графика

m — масса пробы взятой для приготовления раствора в соответствии с 8.1 или 8.2, в мг.

После подготовки пробы в соответствии с 8.1 или 8.2, в случае если расчет содержания 2-NPT (мг/л) (в соответствии с градуировочными растворами в таблице 1) будет проведен автоматически при помощи программного обеспечения хроматографической системы, содержание 2-NPT определяют по формуле

$$w_{2-\text{NPT}} = \frac{A}{500}$$

где

A – массовая концентрация 2-NPT в миллиграммах на литр;

500 – коэффициент пересчета массовой концентрации 2-NPT, выраженной в миллиграммах на литр в проценты.

9.2 Оформление результатов

Рассчитывают среднеарифметическое значение двух полученных результатов испытаний. Записывают результат с точностью до 0,001 %.

10 Прецизионность

10.1 Межлабораторное испытание

Первое межлабораторное испытание было проведено в 2009 г. с участием 11 лабораторий с использованием 3 различных образцов удобрений. Полученные результаты испытаний приведены в приложении А. Повторяемость и воспроизводимость были рассчитаны в соответствии с ISO 5725-2.

Значения, полученные в межлабораторном испытании, могут быть неприменимы для диапазонов концентраций и матриц, отличных от тех, которые даны в приложении А.

10.2 Повторяемость

Абсолютное расхождение между двумя независимыми результатами испытаний, полученными идентичным методом на идентичном испытуемом материале в одной лаборатории, одним и тем же оператором на одном и том же оборудовании в короткий интервал времени, будет превышать значение предела повторяемости r, приведенного в таблице 2, не более чем в 5 % случаев.

10.3 Воспроизводимость

Абсолютное расхождение между двумя независимыми результатами испытаний, полученными идентичным методом на идентичном испытуемом материале в разных лабораториях разными операторами на разном оборудовании, будет превышать значение предела воспроизводимости R, данный в таблице 2, не более чем в 5 % случаев.

Т а б л и ц а 2 – Среднее арифметическое значение, пределы повторяемости и воспроизводимости

Образец	$\overline{X}$, мг/кг	r, мг/кг	R, мг/кг
Карбамид 1	238,62	21,63	40,10
Карбамид 2	462,59	39,99	65,01
Карбамид 3	695,38	38,11	89,91

11 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать:

a) всю информацию, необходимую для полной идентификации образца;

b) используемый метод определения со ссылкой на настоящий стандарт;

c) полученные результаты испытаний;

d) дату и метод отбора проб (если известны);

e) дату завершения анализа;

f) сведения о выполнении требований предела повторяемости;

g) все подробности операций, не указанные в настоящем стандарте или рассматриваемые как необязательные, а также с подробности о любых отклонениях от методов настоящего стандарта при проведении испытаний, которые могли повлиять на результаты испытаний.

Приложение А
(справочное)

Статистические результаты межлабораторных испытаний

Прецизионность метода была определена в 2009 г. в межлабораторных испытаниях с участием 11 лабораторий, проводимых с тремя образцами удобрений. Статистические результаты даны в таблице А.1

Т а б л и ц а А.1 – Статистические результаты межлабораторных испытаний

Параметр	Карбамид 1	Карбамид 2	Карбамид 3
Год испытаний	2009	2009	2009
Количество участвующих лабораторий	11	11	11
Количество участвующих лабораторий после исключения выбросов	11	11	11
Среднеарифметическое значение $\overline{X}$, мг/кг	238,62	462,59	695,38
Стандартное отклонение повторяемости s_r, мг/кг	7,81	14,44	13,76
Относительное стандартное отклонение повторяемости RSD_r, %	3,27	3,12	1,98
Предел повторяемости r (2,77 s_r), мг/кг	21,63	39,99	38,11
Стандартное отклонение воспроизводимости s_R, мг/кг	14,48	23,47	32,46
Относительное стандартное отклонение воспроизводимости RSD_R, %	6,07	5,07	4,67
Предел воспроизводимости R (2,77 s_R), мг/кг	40,10	65,01	89,91

Библиография

[1] EN 1482-1	Fertilizers and liming materials. Sampling and sample preparation Sampling (Удобрения и известковые материалы. Отбор проб и приготовление образцов. –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] 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 измерения]
[4] Regulation (EC) No 2003/2003 of the European Parliament and of the Council of 13 October 2003	Regulation (EC) No 2003/2003 of the European Parliament and of the Council of 13 October 2003 relating to fertilizers (Регламент (ЕС) № 2003/2003 Европейского парламента и совета от 13 октября 2003 г., относящийся к удобрениям)

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным международным стандартам

Таблица ДА.1 Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным международным и региональным стандартам, которые являются идентичными или модифицированными по отношению к международным стандартам

Обозначение и наименование ссылочного европейского регионального стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование межгосударственного стандарта
EN 1482-2 Удобрения и известковые материалы. Отбор проб 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, известковые материалы и улучшители почвы. Словарь. Часть 1. Общие термины	NEQ	ГОСТ 20432–83 Удобрения. Термины и определения
EN 12944-2:1999 Удобрения, известковые материалы и улучшители почвы. Словарь. Часть 2. Термины, относящиеся к удобрениям	NEQ	ГОСТ 20432–83 Удобрения. Термины и определения
EN ISO 3696 Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы испытаний	NEQ	ГОСТ 6709–72 Вода дистиллированная. Технические условия

Примечание – В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандартов:
IDT – идентичные стандарты
NEQ – неэквивалентные стандарты

УДК 631.82:006.354 МКС 65.080 IDT

Ключевые слова: удобрения, определение, N-(2-нитрофенил) фосфорный триамид, 2-NPT, карбамид, удобрения, содержащие карбамид, хроматографический метод

Подписано в печать 01.12.2014. Формат 60x84 1/8.
Усл. печ. л. 1,40. Тираж 32 экз. Зак. 4777.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»

123995 Москва, Гранатный пер., 4.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru