

**МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ  
СТАНДАРТ**

**ГОСТ  
EN 15360—  
2015**

---

## **УДОБРЕНИЯ**

### **Определение дициандиамида методом высокоэффективной жидкостной хроматографии**

(EN 15360:2007, IDT)

Издание официальное

Москва  
Стандартинформ  
2015

## **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<br>наименование страны<br>по МК (ИСО 3166) 004–97 | Код страны<br>по МК (ИСО 3166)<br>004– 97 | Сокращенное наименование<br>национального органа по<br>стандартизации |
|---|---|---|
| Беларусь  | BY  | Госстандарт Республики Беларусь                                       |
| Казахстан   | KZ  | Госстандарт Республики<br>Казахстан                                   |
| Киргизия  | KG  | Кыргызстандарт  |
| Россия  | RU  | Росстандарт   |
| Таджикистан   | TJ  | Таджикстандарт  |

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 24 июля 2015 г. № 978-ст межгосударственный стандарт ГОСТ EN 15360—2015 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июня 2016 г.

5 Настоящий стандарт идентичен европейскому региональному стандарту EN 15360:2007 Fertilizers – Determination of dicyandiamide – Method using high-performance liquid chromatography (HPLC) (Удобрения. Определение дициандиамида. Метод 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 европейским региональным 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*

© Стандартиформ, 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  | Сущность метода .....  |
| 4  | Реактивы .....   |
| 5  | Оборудование .....   |
| 6  | Отбор и подготовка проб .....  |
| 7  | Методика проведения испытания .....  |
| 8  | Обработка результатов испытания .....  |
| 9  | Точность .....   |
| 10 | Примечания к методике .....  |
| 11 | Протокол испытания .....   |
|    | Приложение А (справочное) Результаты межлабораторного испытания .....  |
|    | Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии межгосударственных<br>стандартов ссылочным европейским региональным<br>стандартам ..... |
|    | Библиография .....   |

---

**УДОБРЕНИЯ****Определение дициандиамида методом высокоэффективной жидкостной  
хроматографии**

Fertilizers. Determination of dicyandiamide by high-performance liquid chromatography  
method

---

Дата введения— 2016 – 06 – 01

**1 Область применения**

Настоящий стандарт устанавливает метод для выборочного определения дициандиамида в дополнение ко всем другим формам фиксаций азота, в особенности к удобрениям, к которым дициандиамид был добавлен для ингибирования нитрификации.

**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 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 Сущность метода**

Образец растворяют или суспендируют в воде с использованием ультразвуковой ванны. Метил дициандиамида добавляют к отфильтрованному раствору в качестве внутреннего стандарта. Затем раствор переносят на C18 обращенно-фазной колонки с использованием обводного инжектора и затем разделяют. Для обнаружения используют УФ-детектор при длине волны 220 нм.

### **4 Реактивы**

Используют реактивы признанной аналитической чистоты и воду соответствующей степени чистоты 2 по EN ISO 3696.

#### **4.1 Стандартный раствор дициандиамида**

Взвешивают 50 мг дициандиамида известной степени чистоты в мерной колбе вместимостью 1000 см<sup>3</sup> и растворяют в воде; доводят объем до метки. 10 см<sup>3</sup> раствора пипеткой переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> и, после добавления 10 см<sup>3</sup> внутреннего стандартного раствора, доводят объем до метки водой.

#### **4.2 Внутренний стандартный раствор**

Взвешивают 50 мг метил дициандиамида известной степени чистоты в мерной колбе вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, растворяют в воде и доводят объем до метки.

#### **4.3 Метанол**

Степень чистоты – для высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ).

## **5 Оборудование**

5.1 Ультразвуковая ванна.

### **5.2 Мембранный фильтр**

0,45 мкм с использованием обычного оборудования для фильтрации.

### **5.3 ВЭЖХ оборудование**

УФ-детектор для переменной длины волны и для электронного интегратора, клапан ввода пробы 20 мкдм<sup>3</sup>, оснащенный обводным инжектором.

## **6 Отбор и подготовка проб**

Отбор проб не является частью метода, установленного в настоящем стандарте; однако рекомендуется метод отбора проб, приведенный в [1]. Подготовка проб может быть проведена в соответствии с EN 1482-2.

## **7 Методика проведения испытания**

### **7.1 Подготовка аналитического раствора**

Взвешивают с точностью до 0,001 г от 0,8 до 1,5 г земли, тщательно гомогенизируют образец для испытания (соответствующий примерно 50 мг дициандиамида), смешивают с 750 см<sup>3</sup> воды в мерной колбе вместимостью 1000 см<sup>3</sup> и растворяют с использованием ультразвуковой ванны (5.1). Те части, которые не растворяются через 5 мин, не учитывают. Доводят объем до метки водой. Фильтруют одну часть гомогенизированного раствора образца (примерно 50 см<sup>3</sup>) через мембранный фильтр (5.2) в чистый сосуд.

10 см<sup>3</sup> данного фильтрата пипеткой переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> и, после добавления 10 см<sup>3</sup> внутреннего стандартного раствора (4.2), доводят объем до метки водой.

### **7.2 Условия проведения ВЭЖХ**



Растворитель: смесь воды и метанола (4.3), (99+1) частей по объему.

Разделительная колонка и упаковка: 250 мм × 4,6 мм C18 обращенно-фазной колонки.

Температура колонки: комнатная температура.

Расход: 1,0 см<sup>3</sup>/мин.

Длина волны: 220 нм.

### 7.3 Определение с использованием ВЭЖХ

Поочередно переносят стандартный раствор (4.1) и исследуемый раствор (7.1) в разделительную колонку три раза, используя стандартный раствор до исследуемого раствора. Измеряют площади пика для дициандиамида и метил дициандиамида.

## 8 Обработка результатов испытания

Рассчитывают пропорции в стандартном растворе (4.1)  $P_x$  по формуле

$$P_x = \frac{A_1}{A_2}, \quad (1)$$

где  $A_1$  – площадь пика для дициандиамида (4.1);

$A_2$  – площадь пика для внутреннего стандарта.

Рассчитывают пропорции исследуемого раствора (7.1)  $P_x$  по формуле

$$P_x = \frac{A_3}{A_2}, \quad (2)$$

где  $A_2$  – площадь пика внутреннего стандарта;

$A_3$  – площадь пика для дициандиамида (7.1).

Берут из каждой группы три значения  $P_x$  и  $P_x'$ , средние значения  $P_{x_{\text{н}}}$  и  $P_{x_{\text{к}}}$  и рассчитывают содержание дициандиамида в образце, выраженное в г/100 г, используя следующую формулу

$$w_{DCD} = \frac{P_{x_M} m'}{P_{x'_M} m}, \quad (3)$$

где  $P_{x_M}$  – среднее значение пропорций для образца;

$m'$  – масса дициандиамида в стандартном растворе (4.1) (50 мг), мг

$P_{x'_M}$  – среднее значение пропорций для стандарта;

$m$  – масса образца в аликвотной части использованного исследуемого раствора (7.1), мг.

При необходимости корректируют конечный результат в зависимости от чистоты дициандиамида используемого для стандартного раствора.

## 9 Точность

### 9.1 Общие принципы

Точность метода была установлена в межлабораторном испытании, проведенном и оцененном в 1997 г. в соответствии с [2]. Итоговые результаты представлены в приложении А. Значения, полученные в межлабораторном испытании, не могут быть применены в концентрационных диапазонах и матрицах, кроме указанных в приложении А.

### 9.2 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 1.

### 9.3 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  $R$ , приведенные в таблице 1.

Т а б л и ц а 1 — Данные точности

в г/100 г

| Образец               | Уровень | $r$     | $R$    |
|-----------------------|---------|---------|--------|
| Номер 1<br>Alzon 27/1 | 2,41    | 0,08998 | 0,4667 |
| Номер 2<br>Alzon 27/2 | 2,18    | 0,0737  | 0,329  |

## 10 Примечания к методике

10.1 Как описано, метод охватывает границу между 2 г и 10 г дициандиамида на 100 г.

Путем изменения взвешенной части и степени разбавления, содержание дициандиамида между (0,1 г и 100 г) на 100 г может быть определено.

10.2 Метод может быть также проведен с использованием внутреннего стандарта. В этом случае формула для расчета должна быть изменена соответственно.

## 11 Протокол испытания

Протокол испытания должен содержать:

- a) информацию, необходимую для полной идентификации образца;
- b) используемый метод испытания со ссылкой на настоящий стандарт;
- c) полученные результаты испытания вместе с единицами, используемыми для их выражения;
- d) дату завершения испытания;
- e) было ли выполнено условие предела повторяемости;

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

## Приложение А

## Приложение А

(справочное)

## Результаты межлабораторного испытания

Точность метода была установлена в 1997 г. во время межлабораторного испытания, в котором были задействованы 13 и 12 испытательные лаборатории и два образца удобрения. Статистические результаты приведены в таблице А.1.

Т а б л и ц а А.1 – Статистические результаты межлабораторного испытания

| Параметры  | Образец 1 | Образец 2 |
|--|-----------|-----------|
| Год проведения испытания                                 | 1997      |           |
| Номера задействованных лабораторий                       | 13        | 12        |
| Номера лабораторий после исключения выбросов             | 13        | 12        |
| Уровень среднего значения, г/100 г                       | 2,41      | 2,18      |
| Стандартное отклонение повторяемости $s_r$ , г/100 г     | 0,03      | 0,03      |
| Коэффициент изменения $CV_r$ , %                         | 1,348     | 1,218     |
| Предел повторяемости $r(2,83 s_r)$ , г/100 г             | 0,08998   | 0,0737    |
| Стандартное отклонение воспроизводимости $s_R$ , г/100 г | 0,1684    | 0,1187    |
| Коэффициент изменения $CV_R$ , %                         | 6,99      | 5,44      |
| Предел воспроизводимости $R(2,83 s_R)$ , г/100 г         | 0,4667    | 0,329     |

## Приложение Д.А

(справочное)

**Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным  
европейским региональным стандартам**

Т а б л и ц а Д.А.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<br>Удобрения и известковые материалы. Отбор и подготовка проб. Часть 2. Подготовка проб |
| EN ISO 3696:1995, Вода, используемая для аналитических лабораторий. Спецификация и методы анализа   | —                    | *   |
| <p>* Соответствующий межгосударственный стандарт отсутствует. До его утверждения рекомендуется использовать перевод на русский язык данного европейского стандарта.</p> <p>Примечание – В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандартов:</p> <p>- IDT – идентичные стандарты.</p> |                      |   |

### 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. 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, определение дициандиамида, мочевины, высокоэффективная жидкостная хроматография, проведение испытаний, расчет

---

Руководитель организации-разработчика

Директор

ФГУП «ВНИИ СМТ»

Д.О. Скобелев

Руководитель разработки

Заместитель начальника отдела 121

ФГУП «ВНИИ СМТ»

В.М. Костылева

Ответственный исполнитель

Инженер отдела 121

ФГУП «ВНИИ СМТ»

Т.В. Котова