
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

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-performance 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

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 |

УДОБРЕНИЯ

Определение N-(п-бутил)тиофосфорного триамида ингибитора уреазы методом высокозэффективной жидкостной хроматографии

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

Дата введения — 2017 — 03 — 01

1 Область применения

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

При меч ани е – 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).

ГОСТ EN 15688-2016

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. B694000¹

5.2.4 Карбамид, ч. д. а.

5.3 Градуировочные растворы

5.3.1 Маточный раствор, $\rho = 0,20$ мг NBPT/см³.

Взвешивают 50 мг NBPT в мерной колбе вместимостью 250 см³ и доводят до метки водой.

5.3.2 Градуировочный раствор, $\rho = 0,01$ мг/см³.

Разбавляют 5,00 см³ маточного раствора NBPT (5.3.1) водой до объема 100 см³.

5.3.3 Градуировочный раствор, $\rho = 0,05$ мг/см³.

Разбавляют 25,00 см³ маточного раствора NBPT (5.3.1) водой до объема 100 см³.

5.3.4 Градуировочный раствор, $\rho = 0,12$ мг/см³.

Разбавляют 60,00 см³ маточного раствора NBPT (5.3.1) водой до объема 100 см³.

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 ₂ O 10 + 90 | MeCN + H ₂ O 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 см³ 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

$$R = \frac{R_{c1} + R_{c2} + R_{c3}}{3} = \frac{A_{c1} + A_{c2} + A_{c3}}{(\rho_{NBPT_{c1}} \cdot V_{c1}) + (\rho_{NBPT_{c2}} \cdot V_{c2}) + (\rho_{NBPT_{c3}} \cdot V_{c3})}, \quad (2)$$

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

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

$\rho_{NBPT_{c1}}$ – массовая концентрация NBPT градуировочного раствора C1, $\text{мг}/\text{см}^3$;

$\rho_{NBPT_{c2}}$ – массовая концентрация NBPT градуировочного раствора C2, $\text{мг}/\text{см}^3$;

$\rho_{NBPT_{c3}}$ – массовая концентрация NBPT градуировочного раствора C3, $\text{мг}/\text{см}^3$;

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:

- всю информацию, необходимую для полной идентификации образца;
- метод анализа, используемый со ссылкой на настоящий стандарт;
- полученные результаты анализа;

ГОСТ EN 15688-2016

- 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 также 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]

Ключевые слова: удобрения, N-(n-бутил)тиофосфорного триамида, ингибитор уреазы, высокоэффективная жидкостная хроматография

Руководитель разработки

Зам. начальника отдела 11

ФГУП «ВНИИ СМТ»

И.А. Косяруков

Ответственный исполнитель

Инженер отдела 11

ФГУП «ВНИИ СМТ»

А.С. Кузьмина