

---

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

## 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*

© 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 .....	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

**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 обратнo-фазовой высокоэффективной жидкостной хроматографией с УФ-детектором.

**5 Реактивы**

Используют реактивы 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.

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

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

6.5 Мерные колбы вместимостью 100 и 1000 см<sup>3</sup>.

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 C18 10 мкм, 250 мм × 4 мм.

Примечание – При подходящих показателях разделения возможно использование разделительной колонки с меньшей длиной. Вместо колонки C18 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<sup>3</sup>. Добавляют примерно 750 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>. Растворяют в небольшом количестве воды (5.2), доливают водой до метки и хорошо перемешивают. Пипеткой отбирают 10 см<sup>3</sup> полученного раствора и переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, затем доводят водой (5.2) до метки и снова тщательно перемешивают. Пипеткой отбирают 5, 10 и 15 см<sup>3</sup> полученного раствора и помещают в три мерные колбы, вместимостью 100 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>/мин до 1,2 см<sup>3</sup>/мин.

Вводимый объем: 20 мкдм<sup>3</sup>.

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<sup>3</sup> каждого из трех градуировочных растворов (8.2) по три раза. Градуировочный график может быть использован для определения содержания при коэффициенте корреляции  $\geq 99$ .

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  $w_{MP}$ , %, вычисляют по формуле

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

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.

Т а б л и ц а 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:

- всю информацию, необходимую для полной идентификации образца;
- метод определения со ссылкой на настоящий стандарт
- результат проведенного анализа
- дату отбора проб и методику отбора проб (если известно)

## ГОСТ EN 15905–2015

- е) дату окончания анализа
- ф) выполнялись ли при измерениях требования предела повторяемости
- г) 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 $\bar{x}$ , % (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	—	*
<p>* Соответствующий национальный стандарт отсутствует. До его утверждения рекомендуется использовать перевод на русский язык данного международного стандарта.</p> <p>П р и м е ч а н и е - В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандартов: - 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. 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)

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».  
[www.academizdat.com](http://www.academizdat.com) [lenin@academizdat.ru](mailto:lenin@academizdat.ru)

Издано и отпечатано во  
ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.  
[www.gostinfo.ru](http://www.gostinfo.ru) [info@gostinfo.ru](mailto:info@gostinfo.ru)