
**Engrais et amendements —
Détermination de la teneur en biuret
des engrais à base d'urée — Méthode
HPLC**

*Fertilizers and soil conditioners — Determination of biuret content of
urea-based fertilizers — HPLC method*

Sample Document

get full document from standards.iteh.ai



Numéro de référence
ISO 18643:2016(F)

© ISO 2016

Sample Document

get full document from standards.iteh.ai



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2016, Publié en Suisse

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie, l'affichage sur l'internet ou sur un Intranet, sans autorisation écrite préalable. Les demandes d'autorisation peuvent être adressées à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Ch. de Blandonnet 8 • CP 401
CH-1214 Vernier, Geneva, Switzerland
Tel. +41 22 749 01 11
Fax +41 22 749 09 47
copyright@iso.org
www.iso.org

Sommaire

Page

Avant-propos	iv
Introduction	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Principe	1
4 Réactifs	1
5 Appareillage	2
6 Mode opératoire	2
6.1 Préparation de l'échantillon d'essai	2
6.2 Préparation de la solution d'essai	2
6.3 Préparation de la solution de calibration de biuret	2
6.4 Conditions HPLC	3
6.5 Préparation de la courbe de calibration	3
6.6 Détermination de la teneur en biuret dans la solution d'essai	3
6.7 Calcul et expression des résultats	3
6.8 Fidélité	4
6.8.1 Essai interlaboratoires	4
6.8.2 Répétabilité, r	4
6.8.3 Reproductibilité, R	4
7 Rapport d'essai	4
Annexe A (informative) Rapport de l'essai interlaboratoires international	5
Annexe B (informative) Méthode alternative pour le dosage du biuret dans les engrais	12
Bibliographie	13

Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (IEC) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/IEC, Partie 1. Il convient, en particulier de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/IEC, Partie 2 (voir www.iso.org/directives).

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir www.iso.org/brevets).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

Pour une explication de la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'OMC concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: [Avant-propos — Informations supplémentaires](#).

Le comité chargé de l'élaboration du présent document est l'ISO/TC 134, *Engrais et amendements*.

Introduction

Le biuret, également connu sous le nom de diamide 2-imidodicarbonique ($\text{NH}_2\text{CONHCONH}_2$), est l'un des produits dérivés qui se forment lorsque de l'urée fondue est chauffée à une température proche de son point de fusion (132 °C) ou supérieure, lors de la fabrication de l'urée.[1][2] Le mécanisme exact de dégradation de différentes plantes par le biuret n'a pas encore été déterminé, mais les effets nocifs de fortes concentrations ont été bien documentés et de nombreuses réglementations/normes concernant les concentrations maximales tolérées et/ou les méthodes d'analyse ont été publiées dans le monde entier.[1][3][4][5][6][7][8] Il existe actuellement au moins trois types de méthodes analytiques pour le dosage du biuret dans les engrais, notamment les méthodes spectrophotométriques traditionnelles,[5][7] la méthode spectrophotométrique d'absorption atomique[8] et les méthodes HPLC.[2][5][10][11] La supériorité des méthodes HPLC par rapport aux autres types de méthodes a été démontrée récemment. En effet, elles permettent de déterminer de manière quantitative la teneur en biuret en séparant complètement le biuret des nombreux condensats d'urée. L'ISO/TC 134 est bien conscient des efforts importants déployés par les analystes/scientifiques du monde entier pour mettre au point une méthode uniforme, rapide et précise pour le dosage du biuret dans les engrais, et il a tenté d'unifier au maximum la méthode HPLC dans le présent document, en fonction des recherches préliminaires menées par les experts chinois, américains et européens.[2][5][10][11]

Sample Document

get full document from standards.iteh.ai

Sample Document

get full document from standards.iteh.ai

Engrais et amendements — Détermination de la teneur en biuret des engrais à base d'urée — Méthode HPLC

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie le mode opératoire de détermination de la teneur en biuret dans les engrais liquides et solides à base d'urée par une méthode HPLC.

2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO 3696:1995, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai*

3 Principe

Le biuret contenu dans un engrais est extrait par une phase mobile eau-acétonitrile, puis séparé des autres éléments par chromatographie liquide en phase inverse sur une colonne amino/aminopropyle. Le pic est ensuite détecté par un détecteur UV combiné au chromatographe.

4 Réactifs

AVERTISSEMENT — L'acétonitrile est inflammable et toxique. Se reporter à la fiche de données de sécurité (FDS) applicable. Les opérations correspondantes doivent être effectuées sous une hotte aspirante. La présente norme ne signale pas tous les problèmes de sécurité possibles, et il incombe à l'utilisateur de mettre en place des pratiques appropriées en matière d'hygiène et de sécurité et de s'assurer de la conformité des opérations aux conditions stipulées par les lois et réglementations nationales associées.

Utiliser uniquement de l'eau de qualité 3 selon l'ISO 3696.

4.1 Acétonitrile, de qualité HPLC.

4.2 Phase mobile, 150 ml d'eau + 850 ml d'acétonitrile, filtrée préalablement sur une membrane de 0,22 µm et dégazée sous ultrasons pendant 10 min avant utilisation.

NOTE Une méthode alternative utilisant une phase mobile exempte d'acétonitrile est décrite dans l'[Annexe B](#), avec certaines limitations du domaine d'application.

4.3 Solution mère de biuret (0,5 mg/ml = 500 ppm), peser 0,5000 g de biuret de haute pureté, le dissoudre dans la phase mobile ([4.2](#)), puis transvaser le tout dans une fiole jaugée de 1 l, diluer au volume avec la phase mobile ([4.2](#)) et mélanger.

La pureté du biuret doit être au moins de 97 % et la pureté en biuret revendiqué sur l'étiquette du produit doit être basée sur la teneur en biuret et non pas sur le N-contenu. Il existe des méthodes pour la procédure de purification du biuret tels que celles décrites dans AOAC 960.04A(c) ou l'ISO 17322.