

DIN EN 13368-2



ICS 65.080

Ersatz für
DIN EN 13368-2:2012-10

**Düngemittel –
Bestimmung von Chelatbildnern in Düngemitteln mit Chromatographie –
Teil 2: Bestimmung von Fe chelatisiertem [o,o] EDDHA, [o,o] EDDHMA und
HBED, oder der Summe der Chelatbildner, mit Ionenpaarchromatographie;
Deutsche Fassung EN 13368-2:2017**

Fertilizers –

Determination of chelating agents in fertilizers by chromatography –

Part 2: Determination of Fe chelated by [o,o] EDDHA, [o,o] EDDHMA and HBED, or the amount of chelating agents, by ion pair chromatography;

German version EN 13368-2:2017

Engrais –

Détermination des agents chélatants dans les engrais par chromatographie –

Partie 2: Détermination du fer chélaté [o,o] EDDHA, [o,o] EDDHMA et HBED, ou de la quantité d'agents chélatants, par chromatographie d'appariement d'ions;

Version allemande EN 13368-2:2017

Gesamtumfang 33 Seiten

DIN-Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (EN 13368-2:2017) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 260 „Düngemittel und Kalkdünger“ erarbeitet, dessen Sekretariat von DIN (Deutschland) gehalten wird.

Das zuständige deutsche Normungsgremium ist der Arbeitsausschuss NA 057-03-02 AA „Düngemittel“ des DIN-Normenausschusses Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL).

Für die in diesem Dokument zitierten internationalen Dokumente wird im Folgenden auf die entsprechenden deutschen Dokumente hingewiesen:

EN ISO 3696	siehe	DIN ISO 3696
ISO 5725-2:1994	siehe	DIN ISO 5725-2:2002-12

Änderungen

Gegenüber DIN EN 13368-2:2012-10 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) die Bestimmung der Chelatbildner wurde zum Anwendungsbereich und zum Titel hinzugefügt;
- b) ein Derivatisierungsverfahren zur Bestimmung des Chelatbildners ist in Abschnitt 4 Kurzbeschreibung beschrieben;
- c) eine neue Option zur Herstellung der Fe-[o,o]-EDDHA-Lösung wurde zu 6.6 hinzugefügt, ausgehend von einem Fe-[o,o]-EDDHA-Standard;
- d) die Berechnung des Massenanteils des Chelatbildners wurde in Abschnitt 10 aufgenommen, einschließlich Formeln (3) und (4);
- e) Tabelle 2 wurde um die Präzisionsdaten zum Ringversuch von 2014 erweitert;
- f) Abschnitt 12 enthält nun Angaben über die Art des Standards, der für Fe-[o,o]-EDDHA-Proben verwendet wurde sowie die Möglichkeit, die Inhaltsstoffe des Chelatbildners wiederzugeben;
- g) A.3 und A.4: Ergebnisse des im Jahr 2014 durchgeführten Ringversuchs Teil A bzw. Teil B wurden hinzugefügt;
- h) Anhang C: Vollständige Namen der Chelatbildner wurden technisch überarbeitet.

Frühere Ausgaben

DIN EN 13368-2: 2001-04, 2007-6, 2012-10

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN ISO 3696, *Wasser für analytische Zwecke; Anforderungen und Prüfungen*

DIN ISO 5725-2:2002-12, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen — Teil 2: Grundlegende Methode für Ermittlung der Wiederhol- und Vergleichpräzision eines vereinheitlichten Messverfahrens (ISO 5725-2:1994 einschließlich Technisches Korrigendum 1:2002)*

— Leerseite —

Deutsche Fassung

Düngemittel —
Bestimmung von Chelatbildnern in Düngemitteln mit
Chromatographie —
Teil 2: Bestimmung von Fe chelatisiertem [o,o] EDDHA, [o,o]
EDDHMA und HBED, oder der Summe der Chelatbildner, mit
Ionenpaarchromatographie

Fertilizers —

Determination of chelating agents in fertilizers by
chromatography —

Part 2: Determination of Fe chelated by [o,o] EDDHA,
[o,o] EDDHMA and HBED, or the amount of chelating
agents, by ion pair chromatography

Engrais —

Détermination des agents chélatants dans les engrais
par chromatographie —

Partie 2: Détermination du fer chélaté [o,o] EDDHA,
[o,o] EDDHMA et HBED, ou de la quantité d'agents
chélatants, par chromatographie d'appariement d'ions

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 11. September 2017 angenommen.

Die CEN-Mitglieder sind gehalten, die CEN/CENELEC-Geschäftsordnung zu erfüllen, in der die Bedingungen festgelegt sind, unter denen dieser Europäischen Norm ohne jede Änderung der Status einer nationalen Norm zu geben ist. Auf dem letzten Stand befindliche Listen dieser nationalen Normen mit ihren bibliographischen Angaben sind beim CEN-CENELEC-Management-Zentrum oder bei jedem CEN-Mitglied auf Anfrage erhältlich.

Diese Europäische Norm besteht in drei offiziellen Fassungen (Deutsch, Englisch, Französisch). Eine Fassung in einer anderen Sprache, die von einem CEN-Mitglied in eigener Verantwortung durch Übersetzung in seine Landessprache gemacht und dem Management-Zentrum mitgeteilt worden ist, hat den gleichen Status wie die offiziellen Fassungen.

CEN-Mitglieder sind die nationalen Normungsinstitute von Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, der ehemaligen jugoslawischen Republik Mazedonien, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, den Niederlanden, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, der Schweiz, Serbien, der Slowakei, Slowenien, Spanien, der Tschechischen Republik, der Türkei, Ungarn, dem Vereinigten Königreich und Zypern.



EUROPÄISCHES KOMITEE FÜR NORMUNG
EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION
COMITÉ EUROPÉEN DE NORMALISATION

CEN-CENELEC Management-Zentrum: Avenue Marnix 17, B-1000 Brüssel

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	4
1 Anwendungsbereich	6
2 Normative Verweisungen	6
3 Begriffe	6
4 Kurzbeschreibung	7
5 Störungen	7
6 Reagenzien	7
7 Geräte	9
8 Probenahme und Probenvorbereitung	10
9 Durchführung	10
9.1 Herstellung der Probenlösung für Eisenchelate	10
9.2 Herstellung der Probenlösung für andere Spurennährstoff-Chelate	10
9.3 Herstellung der Kalibrierlösungen	10
9.4 Chromatographische Analyse	11
10 Angabe der Ergebnisse	15
10.1 Fe in Fe-Chelaten	15
10.1.1 Durch [o,o] EDDHA oder [o,o] EDDHMA chelatisiertes Fe in Fe-[o,o]-EDDHA- oder Fe-[o,o]-EDDHMA-Chelaten	15
10.1.2 Durch HBED chelatisiertes Fe in Fe-HBED-Chelaten	16
10.2 Chelatbildner in Düngemitteln	16
10.2.1 Massenanteil des Chelatbildners in Düngemitteln, die [o,o] EDDHA oder [o,o] EDDHMA enthalten	16
10.2.2 Massenanteil des Chelatbildners in Düngemitteln, die HBED enthalten	16
11 Präzision	17
11.1 Ringversuch	17
11.2 Wiederholpräzision	17
11.3 Vergleichpräzision	17
12 Untersuchungsbericht	19
Anhang A (informativ) Statistische Ergebnisse der Ringversuche	20
A.1 Statistische Ergebnisse des im Jahr 2003 durchgeführten Ringversuchs	20
A.1.1 Untersuchungsproben	20
A.1.2 Durchführung des Ringversuchs	20
A.1.3 Ergebnisse und statistische Auswertung	20
A.2 Statistische Ergebnisse des im Jahr 2010 durchgeführten Ringversuchs	22
A.2.1 Untersuchungsproben	22
A.2.2 Durchführung des Ringversuchs	22
A.2.3 Ergebnisse und statistische Auswertung	22
A.3 Ergebnisse des im Jahr 2014 durchgeführten Ringversuchs — Teil A	23
A.3.1 Zielstellung	23
A.3.2 Untersuchungsproben	23
A.3.3 Durchführung des Ringversuchs	23
A.3.4 Ergebnisse und statistische Auswertung	23

A.4	Statistische Ergebnisse des im Jahr 2014 durchgeführten Ringversuchs — Teil B	25
A.4.1	Zielstellung	25
A.4.2	Untersuchungsproben	25
A.4.3	Durchführung des Ringversuchs	26
A.4.4	Ergebnisse und statistische Auswertung.....	26
Anhang B (informativ)	Allgemeines Verfahren zur Bestimmung der titrimetrischen Reinheit der Chelatbildner unter Anwendung eines photometrischen Titrierautomaten.....	27
Anhang C (informativ)	Vollständige Bezeichnung der Chelatbildner	28
Literaturhinweise.....		29

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (EN 13368-2:2017) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 260 „Düngemittel und Kalkdünger“ erarbeitet, dessen Sekretariat von DIN gehalten wird.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis Mai 2018, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis Mai 2018 zurückgezogen werden.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. CEN [und/oder CENELEC] ist/sind nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

Dieses Dokument ersetzt EN 13368-2:2012.

Dieses Dokument wurde unter einem Normungsauftrag erarbeitet, den die Europäische Kommission und die Europäische Freihandelszone dem CEN erteilt haben.

Im Vergleich zu EN 13368-2:2012 wurden folgende Änderungen durchgeführt:

- a) Bestimmung des Chelatbildners zum Anwendungsbereich und Titel hinzugefügt;
- b) ein Derivatisierungsverfahren zur Bestimmung des Chelatbildners ist in Abschnitt 4 Kurzbeschreibung beschrieben;
- c) eine neue Option zur Herstellung der Fe-[o,o]-EDDHA-Lösung zu 6.6 hinzugefügt, ausgehend von einem Fe-[o,o]-EDDHA-Standard;
- d) Berechnung des Massenanteils der Chelatbildner in Abschnitt 10 aufgenommen, einschließlich der Formeln (3) und (4);
- e) Tabelle 2 um die Präzisionsdaten zum Ringversuch von 2014 erweitert;
- f) Angaben über die Art des Standards, der für Fe-[o,o]-EDDHA-Proben verwendet wurde sowie die Möglichkeit, die Inhaltsstoffe des Chelatbildners wiederzugeben, in Abschnitt 12 aufgenommen;
- g) Ergebnisse des im Jahr 2014 durchgeführten Ringversuchs Teil A bzw. Teil B hinzugefügt (A.3 und A.4);
- h) vollständige Namen der Chelatbildner in Anhang C technisch überarbeitet;
- i) redaktionell überarbeitet.

EN 13368 *Düngemittel — Bestimmung von Chelatbildnern in Düngemitteln mit Chromatographie* besteht aus folgenden Teilen:

- Teil 1: *Bestimmung von EDTA, HEEDTA und DTPA mit Ionenchromatographie*
- Teil 2: *Bestimmung von Fe chelatisiertem [o,o] EDDHA, [o,o] EDDHMA und HBED, oder der Summe der Chelatbildner, mit Ionenpaarchromatographie*
- Teil 3: *Bestimmung von [S,S]-EDDS mit Ionenpaarchromatographie*

Entsprechend der CEN-CENELEC-Geschäftsordnung sind die nationalen Normungsinstitute der folgenden Länder gehalten, diese Europäische Norm zu übernehmen: Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, die ehemalige jugoslawische Republik Mazedonien, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, Niederlande, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, Schweiz, Serbien, Slowakei, Slowenien, Spanien, Tschechische Republik, Türkei, Ungarn, Vereinigtes Königreich und Zypern.

1 Anwendungsbereich

Diese Europäische Norm legt ein Verfahren zur chromatographischen Bestimmung von Eisen, das mit jedem individuellen *ortho*(hydroxy)-*ortho*(hydroxy)-Isomer der Chelatbildner [o,o] EDDHA, [o,o] EDDHMA und mit HBED Chelate bildet, in Düngemitteln fest, die eine oder mehrere dieser Substanzen enthalten, mit Ausnahme von [o,o] EDDHMA und HBED-Gemischen. Das Verfahren erlaubt die Identifizierung und die Bestimmung der Gesamtkonzentration von wasserlöslichen Eisenchelaten dieser Chelatbildner. Nach der Derivatisierung mit Fe ist auch die Bestimmung des löslichen Anteils der Chelatbildner möglich, wenn andere Spurennährstoffe außer Fe in Düngemitteln vorhanden sind, die [o,o] EDDHA, [o,o] EDDHMA oder HBED enthalten.

Dieses Verfahren ist anwendbar für EG-Düngemittel, die der Verordnung (EG) Nr. 2003/2003 [4] unterliegen. Es ist anwendbar bei einem Massenanteil an chelatisiertem Metall von mindestens 0,625 %.

ANMERKUNG 1 Die Substanzen EDDHA (Ethylendiamin-N,N'-di[(hydroxyphenyl)essigsäure]) und EDDHMA (Ethylendiamin-N,N'-di[(hydroxy-methylphenyl)essigsäure]) existieren in mehreren unterschiedlichen isomeren Formen. Es sind sowohl Stellungsisomere (in *Ortho*-, *Meta*- und *Para*-Stellungen) als auch Stereoisomere (*Meso*- und dl-Racemformen) der Hydroxyl- oder Methylgruppen bekannt. Die *Meso*- und dl-Racemformen von *ortho,ortho*-EDDHA und *ortho,ortho*-EDDHMA sind Stellungsisomere der Hydroxylgruppen, die nach der Verordnung (EG) Nr. 2003/2003 zugelassen sind. Da *Para*-, *Meta*- und *Orthomethyl*-Stellungsisomere von EDDHMA eine sehr ähnliche Stabilität aufweisen, könnten sie in einer Gruppe zusammengefasst werden: in dem hier beschriebenen Verfahren werden die *Para*-, *Meta*- und *Orthomethyl*-Stellungsisomere von [o,o] EDDHMA zusammen betrachtet. HBED (N,N'-Bis(2-hydroxybenzyl)ethylendiamin-N,N'-diessigsäure) bildet keine isomeren Formen aus.

ANMERKUNG 2 Gegenwärtig existieren analysenreine Standards nur für *ortho,ortho*-EDDHA, *ortho,ortho*-EDDHMA und HBED. Für alle anderen Substanzen, die nicht als Standards zur Verfügung stehen, ist deren Einfluss bei eventuellem Vorkommen in den Proben (in Bezug auf die Empfindlichkeit und die Trennschärfe dieses Verfahrens) nicht untersucht worden.

ANMERKUNG 3 Mit diesem Verfahren können die *Meso*- und dl-Racemformen von [o,o] EDDHA und [o,o] EDDHMA einzeln bestimmt werden.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente, die in diesem Dokument teilweise oder als Ganzes zitiert werden, sind für die Anwendung dieses Dokuments erforderlich. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

EN 1482-2, *Düngemittel und Calcium-/Magnesium-Bodenverbesserungsmittel — Probenahme und Probenvorbereitung — Teil 2: Probenvorbereitung*

EN 12944-1:1999, *Düngemittel und Calcium-/Magnesium-Bodenverbesserungsmittel — Wörterbuch — Teil 1: Allgemeine Begriffe*

EN 12944-2:1999, *Düngemittel und Calcium-/Magnesium-Bodenverbesserungsmittel — Wörterbuch — Teil 2: Begriffe für Düngemittel*

EN ISO 3696, *Wasser für analytische Laborzwecke — Spezifikation und Prüfverfahren (ISO 3696)*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die Begriffe nach EN 12944-1:1999 und EN 12944-2:1999.