

DIN EN 15705

ICS 65.080

Ersatz für
DIN CEN/TS 15705:2009-06

**Düngemittel –
Bestimmung von Harnstoffkondensaten mit
Hochleistungs-Flüssigchromatographie (HPLC) –
Isobutylidendiarnstoff und Crotonylidendiarnstoff (Verfahren A) und
Methylenharnstoff-Oligomere (Verfahren B);
Deutsche Fassung EN 15705:2010**

Fertilizers –
Determination of urea condensates using high-performance liquid chromatography
(HPLC) –
Isobutylidenediurea and crotonylidenediurea (method A) and methylene-urea oligomers
(method B);
German version EN 15705:2010

Engrais –
Dosage des condensats d'urée par chromatographie liquide haute performance (HPLC) –
Isobutylidène diurée et crotonylidène diurée (méthode A) et oligomères de
méthylène-urée (méthode B);
Version allemande EN 15705:2010

Gesamtumfang 24 Seiten

Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL) im DIN

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (EN 15705:2010) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 260 „Düngemittel und Calcium-/Magnesium-Bodenverbesserungsmittel“, dessen Sekretariat vom DIN (Deutschland) geführt wird, unter intensiver deutscher Mitarbeit im Rahmen des Mandats M/335 erarbeitet.

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

Für die im Inhalt zitierten Normen wird im Folgenden auf die entsprechenden Deutschen Normen hingewiesen:

ISO 5725-1	siehe DIN ISO 5725-1
ISO 5725-2	siehe DIN ISO 5725-2

Änderungen

Gegenüber DIN CEN/TS 15705:2009-06 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) das Dokument wurde ohne technische Änderungen im einstufigen Annahmeverfahren (UAP-Verfahren) in den Status einer Europäischen Norm übernommen;
- b) zur Erläuterung des Zusammenhangs mit den Anforderungen der Verordnung (EG) Nr. 2003/2003 über Düngemittel (siehe Literaturhinweise) wurde ein Einleitungstext aufgenommen;
- c) zur Information über die Herstellung der Standardsubstanzen MDU und DMTU wurde eine Fußnote aufgenommen.

Frühere Ausgaben

DIN CEN/TS 15705: 2009-06

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN ISO 5725-1, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen — Teil 1: Allgemeine Grundlagen und Begriffe*

DIN ISO 5725-2, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen — Teil 2: Grundlegende Methode für die Ermittlung der Wiederhol- und Vergleichpräzision eines vereinheitlichten Messverfahrens*

Deutsche Fassung

Düngemittel —
Bestimmung von Harnstoffkondensaten mit Hochleistungs-
Flüssigchromatographie (HPLC) —
Isobutylidendiarnstoff und Crotonylidendiarnstoff (Verfahren
A) und Methylenharnstoff-Oligomere (Verfahren B)

Fertilizers —
Determination of urea condensates using high-performance
liquid chromatography (HPLC) —
Isobutylidenediurea and crotonylidenediurea (method A)
and methylen-urea oligomers (method B)

Engrais —
Dosage des condensats d'urée par chromatographie liquide
haute performance (HPLC) —
Isobutylidène diurée et crotonylidène diurée (méthode A) et
oligomères de méthylène-urée (méthode B)

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 21. Februar 2010 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 Management-Zentrum des CEN 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, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, den Niederlanden, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, der Schweiz, der Slowakei, Slowenien, Spanien, der Tschechischen Republik, Ungarn, dem Vereinigten Königreich und Zypern.



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

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

Inhalt

	Seite
Vorwort	3
Einleitung.....	4
1 Anwendungsbereich	5
2 Normative Verweisungen	5
3 Begriffe	5
4 Probenahme und Probenvorbereitung.....	5
5 Verfahren A: Bestimmung von CDU und IBDU.....	5
6 Verfahren B: Bestimmung von Methylenharnstoff-Oligomeren (MU)	8
7 Präzision des Verfahrens A und des Verfahrens B.....	13
8 Prüfbericht.....	14
Anhang A (informativ) Ergebnisse der Ringversuche.....	15
Anhang B (informativ) Chromatogramm und Kalibrierkurven für Verfahren A	17
Anhang C (informativ) Chromatogramm und Kalibrierkurven für Verfahren B	19
Literaturhinweise	22

Vorwort

Dieses Dokument (EN 15705:2010) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 260 „Düngemittel und Calcium-/Magnesium-Bodenverbesserungsmittel“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom DIN gehalten wird.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis September 2010, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis September 2010 zurückgezogen werden.

Dieses Dokument ersetzt CEN/TS 15705:2009.

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

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

Folgendes wurde gegenüber der früheren Ausgabe dieser Europäischen Norm hinzugefügt:

- a) Einleitung;
- b) Information zur Herstellung der Standardsubstanzen MDU und DMTU.

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

Einleitung

Düngemittel, die Kondensate aus Harnstoff und spezifizierten Aldehyden (mit Crotonaldehyd bezeichnet als Crotonylidendiharnstoff oder CDU, mit Isobutyraldehyd bezeichnet als Isobutylidendiharnstoff oder IBDU, mit Formaldehyd bezeichnet als Harnstoffformaldehyd oder Methylenharnstoff oder MU) enthalten, entsprechen dem Anhang I der Verordnung (EG) 2003/2003 [1] als Stickstoffdünger. Die in dieser Europäischen Norm beschriebenen Verfahren erlauben die quantitative Bestimmung dieser Kondensate und die Bestimmung der Löslichkeit der MU-Oligomere in Übereinstimmung mit dieser Verordnung.

1 Anwendungsbereich

Diese Europäische Norm legt Verfahren für die Bestimmung von Isobutylidendiharnstoff (IBDU), Crotonylidendiharnstoff (CDU) (Verfahren A) und Methylenharnstoff-Oligomere (MU) (Verfahren B) in Düngemitteln mit Hochleistungs-Flüssigchromatographie (HPLC) fest.

Das Verfahren gilt für alle Düngemittel, die keine störenden organischen Verbindungen enthalten.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden zitierten Dokumente 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 Proben-vorbereitung — 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 3696:1995, *Wasser für analytische Laborzwecke — Spezifikation und Prüfverfahren (ISO 3696:1987)*

3 Begriffe

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

4 Probenahme und Probenvorbereitung

Die Probenahme ist nicht Bestandteil des im vorliegenden Dokument festgelegten Verfahrens. Ein zu empfehlendes Probenahmeverfahren ist in EN 1482-1 angegeben.

Die Probenvorbereitung muss nach EN 1482-2 durchgeführt werden.

5 Verfahren A: Bestimmung von CDU und IBDU

5.1 Kurzbeschreibung

Die Probe wird mit Wasser extrahiert und nach angemessener Verdünnung mit einem geeigneten HPLC-System analysiert.

5.2 Reagenzien

5.2.1 Reagenzien von anerkannter Analysenreinheit und destilliertes oder demineralisiertes **Wasser** (Qualität 3 nach EN ISO 3696:1995).

5.2.2 Acetonitril, analysenrein, HPLC-Qualität.

5.2.3 Isobutylidendiharnstoff und **Crotonylidendiharnstoff**, in ihrer reinen Form.

5.3 Geräte

5.3.1 Laborgeräte und Laborglasgeräte zur Herstellung von Lösungen und Verdünnungen.

5.3.2 Analysenwaage, geeignet für Messungen auf $\pm 0,1$ mg.

5.3.3 HPLC-System mit UV-Detektor.

5.3.4 Ultraschallbad.

5.3.5 Magnetrührer.

5.3.6 EinmalgebrauchsfILTER, $0,45\ \mu\text{m}$.

5.4 Durchführung

5.4.1 HPLC-Systemparameter

Analysen-/Trennsäule: Kieselgel[kapillar]säule mit C18-Umkehrphase¹⁾

Nachweiswellenlänge: 200 nm

Elutionsmittel: Acetonitril-Wasser-Gemisch: 10/90 (Volumenanteil)

Durchfluss: 1 ml/min

Temperatur: Umgebungstemperatur

Injektionsvolumen: 20 μl

5.4.2 Kalibrierung

5.4.2.1 IBDU-Stammlösung $\rho(\text{IBDU}) = 100\ \text{mg/l}$

In einen 1 000-ml-Kolben werden $100/R$ mg IBDU (5.2.3) eingewogen, wobei R die Reinheit des IBDU ist, und etwa 900 ml Wasser (5.2.1) hinzugefügt. Nach dem Lösen im Ultraschallbad (5.3.4) für etwa 10 min wird auf einem Magnetrührgerät (5.3.5) für etwa 1 h gerührt. Das Volumen wird bis zur Marke aufgefüllt. Eine Filtration ist nicht erforderlich.

5.4.2.2 CDU-Stammlösung $\rho(\text{CDU}) = 100\ \text{mg/l}$

In einen 1 000-ml-Kolben werden $100/R$ mg CDU (5.2.3) eingewogen, wobei R die Reinheit des CDU ist, und etwa 900 ml Wasser (5.2.1) hinzugefügt. Nach dem Lösen im Ultraschallbad (5.3.4) für etwa 10 min wird auf einem Magnetrührgerät (5.3.5) für etwa 1 h gerührt. Das Volumen wird bis zur Marke aufgefüllt. Eine Filtration ist nicht erforderlich.

1) LiChrosorb RP-18 $7\ \mu\text{m}$ 250/4 mm ist ein Beispiel für ein geeignetes handelsübliches Produkt. Diese Angabe dient nur zur Unterrichtung der Anwender dieser Europäischen Norm und bedeutet keine Anerkennung des genannten Produkts durch CEN oder CENELEC.