

DIN EN 16319

ICS 65.080

Ersatz für
DIN EN 16319:2014-02

**Düngemittel und Kalkdünger –
Bestimmung von Cadmium, Chrom, Blei und Nickel mit
Atomemissionsspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-AES)
nach Königswasseraufschluss;
Deutsche Fassung EN 16319:2013+A1:2015**

Fertilizers and liming materials –

Determination of cadmium, chromium, lead and nickel by inductively coupled plasma-atomic
emission spectrometry (ICP-AES) after aqua regia dissolution;
German version EN 16319:2013+A1:2015

Engrais et amendements minéraux basiques –

Détermination du cadmium, chrome, plomb et nickel par spectrométrie d'émission atomique
avec plasma induit par haute fréquence (ICP-AES) après digestion à l'eau régale;
Version allemande EN 16319:2013+A1:2015

Gesamtumfang 22 Seiten

DIN-Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (EN 16319:2013+A1:2015) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 260 „Düngemittel und Kalkdünger“, dessen Sekretariat vom DIN (Deutschland) gehalten wird, im Rahmen des Mandats M/418 erarbeitet. Das zuständige deutsche Normungsgremium ist der Arbeitsausschuss NA 057-03-02 AA „Düngemittel“ im DIN-Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL).

Für die in diesem Dokument zitierten internationalen 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 EN 16319:2014-02 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Titel und Anwendungsbereich auf Kalkdünger erweitert;
- b) Abschnitt 10 Präzision auf Kalkdünger erweitert;
- c) Statistische Daten für Kalkdünger in Anhang A aufgenommen.

Frühere Ausgaben

DIN CEN/TS 16319 (DIN SPEC 10789): 2012-06,
DIN EN 16319: 2014-02

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 Vergleichspräzision eines vereinheitlichten Messverfahrens*

Deutsche Fassung

**Düngemittel und Kalkdünger –
Bestimmung von Cadmium, Chrom, Blei und Nickel mit
Atomemissionsspektrometrie mit induktiv gekoppeltem
Plasma (ICPAES) nach Königswasseraufschluss**

Fertilizers and liming materials —
Determination of cadmium, chromium, lead and nickel
by inductively coupled plasma-atomic emission
spectrometry (ICP-AES) after aqua regia dissolution

Engrais et amendements minéraux basiques —
Détermination du cadmium, chrome, plomb et nickel
par spectrométrie d'émission atomique avec plasma
induit par haute fréquence (ICP-AES) après digestion
à l'eau régale

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 15. September 2013 angenommen und schließt Änderung 1 ein, die am 7. November 2015 vom CEN angenommen wurde.

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-CENELEC 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, 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.....	3
1 Anwendungsbereich.....	4
2 Normative Verweisungen	4
3 Begriffe	4
4 Kurzbeschreibung.....	4
5 Probenahme und Probenvorbereitung.....	4
6 Reagenzien	5
7 Geräte.....	6
8 Durchführung	6
8.1 Allgemeines.....	6
8.2 Herstellung der Prüflösung.....	7
8.2.1 Allgemeines.....	7
8.2.2 Herstellung.....	7
8.3 Herstellung der Prüflösung für die Korrektur von Matrixeffekten anhand der Wiederfindungsrate der Aufstockung.....	8
8.4 Herstellung der Blindprobenlösung	8
8.5 Herstellung der Kalibrierlösungen für die Analyse von Cadmium, Chrom, Nickel und Blei	8
8.6 Bestimmung von Cadmium, Chrom, Nickel und Blei mit ICP-AES	9
8.6.1 Allgemeines.....	9
8.6.2 Bestimmung mit ICP-AES	9
9 Berechnung und Angabe der Ergebnisse.....	10
9.1 Externe Kalibrierung	10
9.2 Korrektur für die Wiederfindungsrate der Aufstockung.....	10
9.3 Standard-Additionsverfahren	11
9.4 Berechnung des Elementgehalts in der Probe.....	12
10 Präzision	12
10.1 Ringversuche	12
10.2 Wiederholpräzision.....	12
10.3 Vergleichpräzision.....	12
11 Untersuchungsbericht	14
Anhang A (informativ) Ergebnisse der Ringversuche.....	15
A.1 Ringversuche	15
A.2 Statistische Ergebnisse für die Bestimmung von Cadmium, Chrom, Blei und Nickel $\overline{A_1}$ für Düngemittel $\overline{A_1}$	15
A.3 Statistische Ergebnisse für die Bestimmung von Cadmium, Chrom, Blei und Nickel für Kalkdünger.....	17
Literaturhinweise	20

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (EN 16319:2013+A1:2015) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 260 „Düngemittel und Kalkdünger“ 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 Juni 2016, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis Juni 2016 zurückgezogen werden.

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

Dieses Dokument enthält die Änderung 1 und wurde von CEN am 2015-11-07 angenommen.

Dieses Dokument ersetzt  EN 16319:2013 .

Anfang und Ende der durch die Änderung eingefügten oder geänderten Texte sind jeweils durch Änderungsmarken   angegeben.

 *gestrichener Text* 

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

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, Slowakei, Slowenien, Spanien, Tschechische Republik, Türkei, Ungarn, Vereinigtes Königreich und Zypern.

1 Anwendungsbereich

Ⓐ Diese Europäische Norm legt ein Verfahren zur Bestimmung des Gehalts an Cadmium, Chrom, Nickel und Blei in Düngemitteln und Kalkdüngern mit Atomemissionsspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-AES) nach Königswasseraufschluss fest. Ⓐ Die Bestimmungsgrenzen sind sowohl von der Probenmatrix als auch vom verwendeten Gerät abhängig, werden jedoch etwa bei 0,3 mg/kg für Cd und 1 mg/kg für Cr, Ni und Pb erwartet.

Ⓐ ANMERKUNG 1 Ⓐ Aufgrund signifikanter Störungen durch Cu, Fe und Mn können bei Anwendung dieses Verfahrens für Düngemittelmatrizes mit hohen Konzentrationen ($\geq 10\%$) dieser Spurennährstoffe keine zuverlässigen Ergebnisse ausgewiesen werden.

Ⓐ ANMERKUNG 2 Der Begriff Düngemittel ist durchgängig in dieser Europäischen Norm verwendet worden und schließt, wenn nicht anders angegeben, die Kalkdünger mit ein. Ⓐ

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 12944-3:2001, *Düngemittel und Calcium-/Magnesium-Bodenverbesserungsmittel — Wörterbuch — Teil 3: Begriffe für Calcium-/Magnesium-Bodenverbesserungsmittel* Ⓐ

EN ISO 3696, *Wasser für analytische Zwecke — Anforderungen und Prüfungen (ISO 3696)*

3 Begriffe

Ⓐ Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die Begriffe nach EN 12944-1:1999, EN 12944-2:1999 und EN 12944-3:2001. Ⓐ

4 Kurzbeschreibung

Cadmium, Chrom, Nickel und Blei werden mit Königswasser unter herkömmlichem Kochen aus der Probe extrahiert. Die Konzentrationen im Extrakt werden mit Atomemissionsspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-AES) unter axialer oder radialer Betrachtung bestimmt.

5 Probenahme und Probenvorbereitung

Die Probenahme ist kein Bestandteil des in dieser Europäischen Norm festgelegten Verfahrens. Ein empfohlenes Probenahmeverfahren ist in EN 1482-1 angegeben.

Die Probenvorbereitung muss nach EN 1482-2 durchgeführt werden.

6 Reagenzien

Es sind ausschließlich Reagenzien von anerkannter analytischer Qualität zu verwenden.

Handelsübliche Stammlösungen müssen entsprechend der Spezifikation des Lieferanten oder nach einem Jahr ersetzt werden, wenn sie im Labor aus verfügbaren Salzen hergestellt werden. Als allgemeine Regel gilt, dass Standardlösungen monatlich erneuert werden müssen.

6.1 Wasser, Qualität 2 nach EN ISO 3696.

6.2 Salzsäure, $c(\text{HCl}) = 12 \text{ mol/l}$, 37 % Volumenanteil; $\rho \approx 1,18 \text{ g/ml}$.

6.3 Salpetersäure, $c(\text{HNO}_3) = 16 \text{ mol/l}$; mindestens 65 % Volumenanteil; $\rho \approx 1,42 \text{ g/ml}$.

6.4 Gemischte Säurelösung aus 0,8 mol/l Salpetersäure und 1,8 mol/l Salzsäure.

150 ml Salzsäure (6.2) und 50 ml Salpetersäure (6.3) sind zu mischen und mit Wasser (6.1) auf 1,0 l aufzufüllen.

6.5 Standard-Stammlösungen, Cadmium-, Chrom-, Nickel- und Blei-Standard-Stammlösungen, z. B. $\rho = 1\,000 \text{ mg/l}$ für jedes Element.

Zu verwenden sind geeignete Stammlösungen. Sowohl Einzelelement-Stammlösungen als auch Multi-Element-Stammlösungen mit entsprechender Spezifikation, die die verwendete Säure und das Herstellungsverfahren festlegen, sind im Handel erhältlich. Es wird empfohlen, für Cadmium, Chrom, Nickel und Blei handelsübliche Standard-Stammlösungen zu verwenden.

6.6 Standard-Arbeitslösungen.

Abhängig vom Anwendungsbereich können unterschiedliche Standard-Arbeitslösungen notwendig sein.

Im Allgemeinen muss bei der Kombination von Elementen in Standard-Arbeitslösungen deren chemische Kompatibilität berücksichtigt werden. Spektrale Interferenzen von anderen Elementen, die in den Standard-Arbeitslösungen vorhanden sind, müssen ebenfalls berücksichtigt werden. Verschiedene Kombinationen von Elementen bei unterschiedlichen Konzentrationen dürfen verwendet werden, vorausgesetzt, dass die Standard-Stammlösungen (6.5) mit der gleichen Säure und in gleicher Konzentration verdünnt werden wie die Säure in der Prüflösung.

ANMERKUNG Bei gleichen Konzentrationen (in mg/l) sind Cadmium, Chrom, Nickel und Blei in einer Multi-Element-Standardlösung bei dieser Anwendung für die Bestimmung mit ICP-AES kompatibel.

6.6.1 Standard-Arbeitslösung I, $\rho = 100 \text{ mg/l}$ für Cadmium, Chrom, Nickel und Blei.

Von jeder Cadmium-, Chrom-, Nickel- und Blei-Standard-Stammlösung (6.5) sind 10,0 ml mit der gemischten Säurelösung (6.4) in demselben 100-ml-Messkolben auf 100,0 ml zu verdünnen. Sind unterschiedliche Konzentrationen an Cadmium, Chrom, Nickel und Blei notwendig, sind die erforderlichen Volumina auf 100,0 ml zu verdünnen. Diese Lösung wird zur Herstellung der aufgestockten Prüflösungen, Standard- und Kalibrierlösungen verwendet.

6.6.2 Standard-Arbeitslösung II, $\rho = 10 \text{ mg/l}$ für Cadmium, Chrom, Nickel und Blei.

10,0 ml der Standard-Arbeitslösung I von Cadmium, Chrom, Nickel und Blei (6.6.1) sind mit der gemischten Säurelösung (6.4) in einem 100-ml-Messkolben auf 100,0 ml zu verdünnen. Sind unterschiedliche Konzentrationen an Cadmium, Chrom, Nickel und Blei notwendig, ist das erforderliche Volumen von den Standard-Stammlösungen (6.5) auf 100,0 ml zu verdünnen. Diese Lösung wird zur Herstellung von aufgestockten Prüf- und Kalibrierlösungen verwendet.