

DIN EN 16320

ICS 65.080

Ersatz für
DIN CEN/TS 16320
(DIN SPEC 10790):2012-06

**Düngemittel –
Bestimmung von Elementspuren –
Bestimmung von Quecksilber mit Verdampfungstechnik (VG) nach
Königswasseraufschluss;
Deutsche Fassung EN 16320:2013**

Fertilizers –
Determination of trace elements –
Determination of mercury by vapour generation (VG) after aqua regia dissolution;
German version EN 16320:2013

Engrais –
Dosage des éléments traces –
Détermination du mercure par génération de vapeur (VG) après digestion à l'eau régale;
Version allemande EN 16320:2013

Gesamtumfang 17 Seiten

Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL) im DIN

Nationales Vorwort

Diese Europäische Norm (EN 16320:2013) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 260 „Düngemittel und Calcium-/Magnesium-Bodenverbesserungsmittel“, 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“ des Normenausschusses Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL) im DIN e.V..

DIN EN 16320 ersetzt DIN CEN/TS 16320 (DIN SPEC 10790):2012-06, die auf Beschluss des CEN TC 260 im einstufigen Annahmeverfahren (UAP) als Europäische Norm übernommen wurde.

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 CEN/TS 16320 (DIN SPEC 10790):2012-06 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) die CEN Technische Spezifikation ist als Europäische Norm angenommen worden;
- b) das Dokument wurde redaktionell überarbeitet.

Frühere Ausgaben

DIN CEN/TS 16320 (DIN SPEC 10790): 2012-06

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 Vergleichspräzision eines vereinheitlichten Messverfahrens*

Deutsche Fassung
Düngemittel —
Bestimmung von Elementspuren —
Bestimmung von Quecksilber mit Verdampfungstechnik (VG)
nach Königswasseraufschluss

Fertilizers —
Determination of trace elements —
Determination of mercury by vapour generation (VG) after
aqua regia dissolution

Engrais —
Dosage des éléments traces —
Détermination du mercure par génération de vapeur (VG)
après digestion à l'eau régale

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 29. August 2013 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-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

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

Inhalt

	Seite
Vorwort	3
1 Anwendungsbereich	4
2 Normative Verweisungen	4
3 Begriffe	4
4 Kurzbeschreibung	4
5 Probenahme und Probenvorbereitung	4
6 Reagenzien	4
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	8
8.5.1 Kalibrierlösungen für die Analyse von Quecksilber	8
8.5.2 Kalibrierstandards	8
8.6 Bestimmung von Quecksilber	8
8.6.1 Allgemeines	8
8.6.2 Bestimmung mit VG-AAS	9
8.6.3 Spektrometereinstellungen der VG-AAS	9
8.6.4 Bestimmung mit VG-ICP-AES	10
9 Berechnung und Angabe der Ergebnisse	10
9.1 Externe Kalibrierung	10
9.2 Korrektur für die Wiederfindungsrate der Aufstockung	11
9.3 Standard-Additionsverfahren	11
9.4 Berechnung des Elementgehalts in der Probe	12
10 Präzision	13
10.1 Ringversuche	13
10.2 Wiederholpräzision	13
10.3 Vergleichpräzision	13
11 Untersuchungsbericht	13
Anhang A (informativ) Ergebnisse der Ringversuche	14
Literaturhinweise	15

Vorwort

Dieses Dokument (EN 16320:2013) 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 April 2014, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis April 2014 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 ersetzt CEN/TS 16320:2012.

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

Gegenüber der früheren Ausgabe wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) die CEN Technische Spezifikation ist als Europäische Norm angenommen worden;
- b) das Dokument wurde redaktionell überarbeitet.

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 von Quecksilber in Düngemitteln mittels Verdampfungstechnik (VG), gekoppelt mit Atomabsorptionsspektrometer oder Atomemissionsspektrometer, mit induktiv gekoppeltem Plasma nach Königswasseraufschluss fest. Die Bestimmungsgrenze ist bei 0,01 mg/kg zu erwarten.

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 Zwecke — Anforderungen und Prüfungen (ISO 3696)*

3 Begriffe

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

4 Kurzbeschreibung

Quecksilber wird mit Königswasser unter herkömmlichem Kochen aus der Probe extrahiert. Die Konzentration an Quecksilber im Extrakt wird mit (Kalt)Verdampfungstechnik (VG), gekoppelt mit einem geeigneten Detektor wie z. B. einem Atomabsorptionsspektrometer (AAS) oder mit einem Atomemissionsspektrometer mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-AES) gemessen.

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 Analysenreinheit 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, entsprechend der 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; $\rho \approx 1,42 \text{ g/ml}$.