

**DIN EN 16319**

ICS 65.080

**Entwurf**

Einsprüche bis 2013-06-02  
Vorgesehen als Ersatz für  
DIN CEN/TS 16319  
(DIN SPEC 10789):2012-06

**Düngemittel –  
Bestimmung von Elementspuren –  
Bestimmung von Cadmium, Chrom, Blei und Nickel mit  
Atomemissionsspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma  
(ICP-AES) nach Königswasserauflösung;  
Deutsche Fassung FprEN 16319:2013**

Fertilizers –

Determination of trace elements –

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

Engrais –

Dosage des éléments traces –

Détermination du cadmium, chromium, plomb et nickel par spectrométrie d'émission atomique avec plasma induit par haute fréquence (ICP-AES) après digestion à l'eau régale;

Version allemande FprEN 16319:2013

**Anwendungswarnvermerk**

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2013-04-02 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.

Weil die beabsichtigte Norm von der vorliegenden Fassung abweichen kann, ist die Anwendung dieses Entwurfes besonders zu vereinbaren.

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise online im Norm-Entwurfs-Portal des DIN unter [www.entwuerfe.din.de](http://www.entwuerfe.din.de) bzw. für Norm-Entwürfe der DKE auch im Norm-Entwurfs-Portal der DKE unter [www.entwuerfe.normenbibliothek.de](http://www.entwuerfe.normenbibliothek.de), sofern dort wiedergegeben;
- oder als Datei per E-Mail an [nal@din.de](mailto:nal@din.de) möglichst in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter [www.din.de/stellungnahme](http://www.din.de/stellungnahme) oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter [www.dke.de/stellungnahme](http://www.dke.de/stellungnahme) abgerufen werden;
- oder in Papierform an den Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL) im DIN, 10772 Berlin (Hausanschrift: Burggrafenstr. 6, 10787 Berlin).

Die Empfänger dieses Norm-Entwurfs werden gebeten, mit ihren Kommentaren jegliche relevanten Patentrechte, die sie kennen, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

Gesamtumfang 18 Seiten

Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL) im DIN

## Nationales Vorwort

Dieses Dokument (FprEN 16319:2013) 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.

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 16319 (DIN SPEC 10789):2012-06 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Technische Spezifikation in den Status einer Europäischen Norm übernommen;
- b) Erläuterung zu möglichen Interferenzen bei der Anwendung dieses Verfahrens zur Bestimmung von Cd, Cr, Ni und Pb in Spurennährstoffdüngern als ANMERKUNG zu Abschnitt 1 hinzugefügt;
- c) redaktionell überarbeitet.

## 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*

## **Düngemittel — Bestimmung von Elementspuren — Bestimmung von Cadmium, Chrom, Blei und Nickel mit Atomemissionsspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-AES) nach Königswasseraufschluss**

*Engrais — Dosage des éléments traces — Détermination du cadmium, chromium, plomb et nickel par spectrométrie d'émission atomique avec plasma induit par haute fréquence (ICP-AES) après digestion à l'eau régale*

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

ICS:

Deskriptoren

Dokument-Typ: Europäische Norm  
Dokument-Untertyp:  
Dokument-Stage: einstufiges Annahmeverfahren  
Dokument-Sprache: D

STD Version 2.5a

## 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 .....                                                                                                             | 5     |
| 8 Durchführung .....                                                                                                       | 6     |
| 8.1 Allgemeines .....                                                                                                      | 6     |
| 8.2 Herstellung der Prüflösung .....                                                                                       | 6     |
| 8.2.1 Allgemeines .....                                                                                                    | 6     |
| 8.2.2 Herstellung .....                                                                                                    | 7     |
| 8.3 Herstellung der Prüflösung für die Korrektur von Matrixeffekten anhand der<br>Wiederfindungsrate der Aufstockung ..... | 7     |
| 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 .....                                                       | 8     |
| 8.6.1 Allgemeines .....                                                                                                    | 8     |
| 8.6.2 Bestimmung mit ICP-AES .....                                                                                         | 8     |
| 9 Berechnung und Angabe der Ergebnisse .....                                                                               | 9     |
| 9.1 Externe Kalibrierung .....                                                                                             | 9     |
| 9.2 Korrektur für die Wiederfindungsrate der Aufstockung .....                                                             | 10    |
| 9.3 Standard-Additionsverfahren .....                                                                                      | 10    |
| 9.4 Berechnung des Elementgehalts in der Probe .....                                                                       | 11    |
| 10 Präzision .....                                                                                                         | 11    |
| 10.1 Ringversuche .....                                                                                                    | 11    |
| 10.2 Wiederholpräzision .....                                                                                              | 12    |
| 10.3 Vergleichpräzision .....                                                                                              | 12    |
| 11 Untersuchungsbericht .....                                                                                              | 13    |
| Anhang A (informativ) Ergebnisse der Ringversuche .....                                                                    | 14    |
| A.1 Ringversuche .....                                                                                                     | 14    |
| A.2 Statistische Ergebnisse für die Bestimmung von Cadmium, Chrom, Blei und Nickel .....                                   | 14    |
| Literaturhinweise .....                                                                                                    | 16    |

## Vorwort

Dieses Dokument (FprEN 16319:2013) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 260 „Düngemittel und Calcium-/Magnesium-Bodenverbesserungsmittel“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom DIN gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zum einstufigen Annahmeverfahren vorgelegt.

Dieses Dokument wird CEN/TS 16319:2012 ersetzen.

Gegenüber der früheren Ausgabe wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) die CEN Technische Spezifikation ist als Europäische Norm angenommen worden;
- b) eine Erläuterung zu möglichen Interferenzen bei der Anwendung dieses Verfahrens zur Bestimmung von Cd, Cr, Ni und Pb in Spurennährstoffdüngern wurde als ANMERKUNG zu Abschnitt 1 hinzugefügt;
- c) das Dokument wurde redaktionell überarbeitet.

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

## 1 Anwendungsbereich

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

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

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 vorgenommen 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);  $\rho \approx 1,42 \text{ g/ml}$ .