

DIN EN 16320

ICS 65.080

Entwurf

Einsprüche bis 2013-05-18
Vorgesehen als 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 FprEN 16320:2013**

Fertilizers –

Determination of trace elements –

Determination of mercury by vapour generation (VG) after aqua regia dissolution;

German version FprEN 16320:2013

Engrais –

Dosage des éléments traces –

Détermination du mercure par génération de vapeur (VG) après digestion à l'eau régale;

Version allemande FprEN 16320:2013

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2013-03-04 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 bzw. für Norm-Entwürfe der DKE auch im Norm-Entwurfs-Portal der DKE unter www.entwuerfe.normenbibliothek.de, sofern dort wiedergegeben;
- oder als Datei per E-Mail an nal@din.de möglichst in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter www.din.de/stellungnahme oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter 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 17 Seiten

Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL) im DIN

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (FprEN 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.

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) Technische Spezifikation in den Status einer Europäischen Norm überführt;
- b) 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 Quecksilber mit Verdampfungstechnik (VG) nach Königswasseraufschluss

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

Fertilizers — Determination of trace elements — Determination of mercury by vapour generation (VG) 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	6
8.3 Herstellung der Prüflösung für die Korrektur von Matrixeffekten anhand der Wiederfindungsrate der Aufstockung	7
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	8
8.6.3 Spektrometereinstellungen der VG-AAS	9
8.6.4 Bestimmung mit VG-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	13
Anhang A (informativ) Ergebnisse der Ringversuche	14
Literaturhinweise	15

Vorwort

Dieses Dokument (FprEN 16320:2013) 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 16320:2012 ersetzen.

Gegenüber der früheren Ausgabe wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) die CEN Technische Spezifikation ist als Europäische Norm überführt worden;
- b) 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 von Quecksilber in Düngemitteln mittels Verdampfungstechnik (VG), gekoppelt mit Atomabsorptionsspektrometer oder Atomemissionsspektrometer mit induktiv gekoppeltem Plasma nach Königswasseraufschluss fest. Die Bestimmungsgrenze wird bei 0,01 mg/kg erwartet.

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

6.4 Gemischte Lösung 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.