

DIN EN 16847

ICS 65.080

Einsprüche bis 2015-05-06

Entwurf

**Düngemittel –
Bestimmung von Komplexbildnern in Düngemitteln –
Bestimmung von Heptaglukonsäure mit Chromatographie;
Deutsche Fassung prEN 16847:2015**

Fertilizers –

Determination of complexing agents in fertilizers –

Identification of heptagluconic acid by chromatography;

German version prEN 16847:2015

Engrais –

Détermination des agents complexants dans les engrais –

Détermination de l'acide heptagluconique par chromatographie;

Version allemande prEN 16847:2015

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2015-03-06 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 DIN-Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL), 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

DIN-Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 260 „Düngemittel und Calcium-/Magnesium-Bodenverbesserungsmittel“, dessen Sekretariat von DIN (Deutschland) geführt wird, erarbeitet. Das zuständige deutsche Normungsgremium ist der Arbeitsausschuss NA 057-03-02 AA „Düngemittel“ des DIN-Normenausschusses Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL).

Für die in diesem Dokument zitierte Internationale Norm wird im Folgenden auf die entsprechende Deutsche Norm hingewiesen:

ISO 5725-2 siehe DIN ISO 5725-2

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

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 Komplexbildnern in Düngemitteln — Bestimmung von Heptaglukonsäure mit Chromatographie

Engrais — Détermination des agents complexants dans les engrais — Détermination de l'acide heptagluconique par chromatographie

Fertilizers — Determination of complexing agents in fertilizers — Identification of heptagluconic acid by chromatography

ICS:

Deskriptoren

Dokument-Typ: Europäische Norm
Dokument-Untertyp:
Dokument-Stage: CEN-Umfrage
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 Störungen	4
6 Geräte	5
7 Reagenzien	5
8 Durchführung	6
8.1 Herstellung der Probenlösung des HGA-Metallkomplexes	6
8.2 Herstellung der Kalibrierlösungen	7
8.3 Chromatographische Analyse	7
9 Berechnung des Gehalts an Heptaglukonsäure und Angabe der Ergebnisse	8
10 Präzision	8
10.1 Ringversuch	8
10.2 Wiederholpräzision	8
10.3 Vergleichpräzision	8
11 Untersuchungsbericht	9
Anhang A (informativ) Chromatogramme des Standards und einer typischen Probenlösung	10
Anhang B (informativ) Absorptionsspektrum von HGA	12
Anhang C (informativ) Berechnung des Molverhältnisses HGA:Metall	13
Anhang D (informativ) Statistische Ergebnisse des Ringversuchs	14
D.1 Ringversuch	14
D.2 Untersuchungsproben	14
D.3 Ringversuchsdurchführung	14
D.4 Ergebnisse und statistische Auswertung	14
Literaturhinweise	16

Vorwort

Dieses Dokument (prEN 16847:2015) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 260 „Düngemittel und Calcium-/Magnesium-Bodenverbesserungsmittel“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom DIN gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur CEN-Umfrage vorgelegt.

1 Anwendungsbereich

Diese Europäische Norm legt ein chromatographisches Verfahren zur Identifizierung von Heptaglukonsäure (HGA) in Düngemitteln fest, die Heptaglukonsäure-Metallkomplexe enthalten.

Dieses Verfahren gilt für Düngemittel mit komplexgebundenen Spurennährstoffen die den Anforderungen der Verordnung (EG) Nr. 2003/2003 [1] unterliegen.

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 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

Das Verfahren beruht auf der Demetallierung des HGA-Komplexes des Spurennährstoffs mit Phosphorsäure in einer wässrigen Probenlösung.

Anschließend wird der Komplexbildner unter Anwendung von Hochleistungs-Flüssigchromatographie (HPLC) identifiziert und bestimmt.

Die Trennung erfolgt auf einer an eine Silicium-Trennsäule gebundene NH_2 -Phase und einer wässrigen Lösung von Phosphorsäure und Acetonitril als Elutionsmittel.

Der Nachweis beruht auf UV-Photometrie bei einer Wellenlänge von 210 nm.

5 Störungen

- Hohe Konzentrationen an Phosphat in der Probenlösung können einen großen Peak hervorrufen, der die Identifikation/Bestimmung von HGA verhindert.
- Hohe Konzentrationen an Chlorid, Sulfat und Nitrat stören die Identifikation/Bestimmung des Komplexbildners nicht.
- Das Vorliegen sowohl der Chelate von EDDHSA, EDDHA, EDDHMA, EDTA, DTPA, CDTA, HEDTA, IDHA als auch der entsprechenden Chelatbildner stört nicht, da sie von HGA abgetrennt werden.
Diese Substanzen können im Chromatogramm durch das Auftreten eines Peaks bei längeren Retentionszeiten nachgewiesen werden. Deshalb muss das Vorliegen dieser Substanzarten berücksichtigt werden, wenn aufeinanderfolgende Injektionen vorgesehen sind.
- Das Vorliegen von Glukonsäure stört bei der Bestimmung des Komplexbildners.
- Das Vorliegen von Asparaginsäure, Huminstoffen und Ligninsulfonsäure kann die Identifikation/Bestimmung von HGA stören.