

DIN EN 17042

ICS 65.080

Einsprüche bis 2016-10-19

Entwurf**Düngemittel –****Bestimmung von Bor in Konzentrationen > 10 % durch azidimetrische Titration;****Deutsche und Englische Fassung prEN 17042:2016**

Fertilizers –

Determination of boron in concentrations > 10 % using acidimetric Titration;
German and English version prEN 17042:2016

Engrais –

Dosage du bore dans des concentrations > 10 % par titration acidimétrique;
Version allemande et anglaise prEN 17042:2016**Anwendungswarnvermerk**

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2016-08-19 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.

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

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise online im Norm-Entwurfs-Portal des DIN unter www.din.de/go/entwuerfe 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/go/stellungnahmen-norm-entwuerfe 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, 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 29 Seiten

DIN-Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN 17042:2016) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 260 „Düngemittel und Kalkdünger“ erarbeitet, dessen Sekretariat von DIN gehalten wird. Das zuständige deutsche Normungsgremium ist der Arbeitsausschuss NA 057-03-02 AA „Düngemittel“ des DIN-Normenausschusses Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL).

Um Zweifelsfälle in der Übersetzung auszuschließen, ist die englische Originalfassung der prEN 17042 beigelegt. Die Nutzungsbedingungen für den deutschen Text des Norm-Entwurfes gelten gleichermaßen auch für den englischen Text.

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 Bor in Konzentrationen > 10 % durch azidimetrische Titration

Engrais — Dosage du bore dans des concentrations > 10 % par titration acidimétrique

Fertilizers — Determination of boron in concentrations > 10 % using acidimetric titration

ICS:

Deskriptoren

Dokument-Typ: Europäische Norm

Dokument-Untertyp:

Dokument-Stage: CEN-Umfrage

Dokument-Sprache: D

STD Version 2.8f

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	3
Einleitung	4
1 Anwendungsbereich	5
2 Normative Verweisungen	5
3 Begriffe	5
4 Kurzbeschreibung	5
5 Probenahme und Probenvorbereitung	5
6 Reagenzien	6
7 Geräte	6
8 Durchführung	7
8.1 Prüflösung	7
8.2 Blindlösung	7
8.3 Bor-Wert (B) der 0,025 mol/l-Natriumhydroxidlösung (6.5)	7
9 Berechnung und Angabe der Ergebnisse	8
Anhang A (normativ) Verifizierung im Vergleich zum ICP-AES-Verfahren	9
A.1 Einleitung	9
A.2 Validierung basierend auf Wasserextraktion	9
A.2.1 In dieser Validierungsstudie verwendete Prüfmaterialien	9
A.2.2 Ergebnisse der Validierungsstudie	9
A.2.3 Schlussfolgerungen	10
A.3 Validierung basierend auf Königswasser-Extraktion	10
A.3.1 In dieser Validierungsstudie verwendete Prüfmaterialien	10
A.3.2 Ergebnisse der Validierungsstudie	11
A.3.3 Schlussfolgerungen	12
Literaturhinweise	13

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN 17042:2016) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 260 „Düngemittel und Kalkdünger“ erarbeitet, dessen Sekretariat von DIN gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur CEN-Umfrage vorgelegt.

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

Einleitung

Die Erarbeitung dieses Dokuments durch das CEN basiert auf einem Mandat der Europäischen Kommission und der Europäischen Freihandelsassoziation (Mandat M/335) über die Modernisierung der Verfahren zur Analyse von Düngemitteln im Rahmen der Verordnung (EG) Nr. 2003/2003 [1].

Die Bestimmung von Bor in Düngemitteln kann mittels ICP-AES durchgeführt werden. Die azidimetrische Bestimmung nach der Zugabe von Mannitol ist arbeitsintensiver, stellt aber eine Option dar, falls ICP-AES nicht verfügbar ist.

WARNUNG — Anwender dieser Europäischen Norm sollten mit der normalen Laborpraxis vertraut sein. Diese europäische Norm erhebt nicht den Anspruch, alle Sicherheitsprobleme zu behandeln, die im Zusammenhang mit ihrer Anwendung, wenn überhaupt, auftreten. Es liegt in der Verantwortung des Anwenders, entsprechende Maßnahmen zum Arbeits- und Gesundheitsschutz zu ergreifen sowie die Einhaltung aller nationalen gesetzlichen Rahmenbedingungen sicherzustellen.

WICHTIG — Es ist unbedingt notwendig, dass nach dieser Europäischen Norm durchgeführte Prüfungen von angemessen ausgebildetem Personal vorgenommen werden.

1 Anwendungsbereich

Diese Europäische Norm legt ein Verfahren zur Bestimmung von Gesamt- und aus Wasser extrahierbarem Bor in mineralischen Düngemitteln, die mehr als 10 % Bor enthalten, fest.

Dieses Verfahren ist auf Wasser- und Königswasser-Extrakte von Düngemitteln anwendbar, die nach prEN 16962 und/oder prEN 16964 erhalten wurden.

ANMERKUNG Ein Verfahren zur Bestimmung von Bor in mineralischen Düngemitteln mit einem Borgehalt von weniger als 10 % (spektralphotometrische Bestimmung mit Azomethin-H) kann nach geeigneter Verdünnung der Extrakte ebenfalls für den Anwendungsbereich dieses Verfahrens verwendet 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, *Düngemittel und Calcium-/Magnesium-Bodenverbesserungsmittel — Wörterbuch — Teil 1: Allgemeine Begriffe.*

EN 12944-2, *Düngemittel und Calcium-/Magnesium-Bodenverbesserungsmittel — Wörterbuch — Teil 2: Begriffe für Düngemittel.*

prEN 16962, *Düngemittel — Extraktion wasserlöslicher Spurennährstoffe aus Düngemitteln und Beseitigung organischer Verbindungen aus Düngemittlextrakten*

prEN 16964, *Düngemittel — Extraktion von Gesamtspurennährstoffen aus Düngemitteln und Beseitigung organischer Verbindungen aus Düngemittlextrakten*

EN ISO 3696, *Wasser für analytische Zwecke — Anforderung und Prüfverfahren (ISO 3696)*

3 Begriffe

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

4 Kurzbeschreibung

Borsäure bildet mit Mannitol einen Komplex: $\text{H}_3\text{BO}_3 + \text{C}_6\text{H}_{14}\text{O}_6 \rightarrow \text{C}_6\text{H}_{15}\text{O}_8\text{B} + \text{H}_2\text{O}$.

Dieser Säurekomplex wird mit Natriumhydroxidlösung bis zu einem pH-Wert von 6,3 titriert.

5 Probenahme und Probenvorbereitung

Die Probenahme ist nicht Bestandteil dieser Europäischen Norm. Ein empfohlenes Probenahmeverfahren ist in EN 1482-1 festgelegt.

Die Probenvorbereitung muss nach EN 1482-2 erfolgen. Die Extrakte müssen nach prEN 16962 und/oder prEN 16964 hergestellt werden.

6 Reagenzien

Alle Reagenzien müssen einen anerkannten analytischen Reinheitsgrad aufweisen. Alle Reagenzien einschließlich Wasser müssen eine vernachlässigbare Konzentration an Bor im Vergleich zur niedrigsten Konzentration dieses Elements in der Probenlösung haben.

6.1 Wasser, Qualität 2 nach EN ISO 3696.

6.2 Methylrot-Indikatorlösung.

0,1 g Methylrot ($C_{15}H_{15}N_3O_2$) werden in 50 ml Ethanol (95 % in einem 100-ml-Messkolben (7.5)) gelöst. Das Volumen wird mit Wasser (6.1) auf 100 ml aufgefüllt. Es wird kräftig gemischt.

6.3 Verdünnte Salzsäurelösung, etwa 0,5 mol/l.

Ein Volumenteil Salzsäure HCl ($\rho = 1,18$ g/ml) wird mit 20 Volumenteilen Wasser gemischt.

6.4 Natriumhydroxidlösung, etwa 0,5 mol/l.

Die Lösung muss frei von Kohlendioxid sein. 20 g Natriumhydroxid (NaOH) in Form von Plättchen werden in einem 1 000-ml-Messkolben (7.6) in etwa 800 ml gekochtem Wasser (6.1) gelöst. Nach dem Auflösen und Abkühlen wird die Lösung auf 1 000 ml mit gekochtem Wasser (6.1) aufgefüllt und kräftig gemischt.

6.5 Natriumhydroxid-Standardlösung, etwa 0,025 mol/l.

Die Lösung muss frei von Kohlendioxid sein. Natriumhydroxidlösung mit einer Konzentration von 0,5 mol/l (6.4) wird zwanzigfach mit gekochtem Wasser verdünnt und es wird kräftig gemischt. Der Gehalt der Lösung an Bor (B) wird bestimmt (8.3).

6.6 Bor-Kalibrierlösung, $\rho = 100$ mg/l.

0,5719 g Borsäure (H_3BO_3) werden auf 0,1 mg eingewogen, in Wasser (6.1) gelöst, quantitativ in einen 1 000-ml-Messkolben überführt, mit Wasser bis zur Marke aufgefüllt und es wird kräftig gemischt. Die Lösung wird in eine Kunststoffflasche überführt und bei 4 bis 8 °C im Kühlschrank gelagert.

Im Handel erhältliche Stammlösungen mit entsprechender Spezifikation dürfen verwendet werden. Die Lösung wird im Allgemeinen für ein Jahr als stabil erachtet, jedoch sollten in Bezug auf die zugesicherte Stabilität die Empfehlungen des Herstellers berücksichtigt werden.

6.7 D-Mannitol, ($C_6H_{14}O_6$) Pulver.

6.8 Natriumchlorid (NaCl).

7 Geräte

7.1 pH-Messgerät mit Glaselektrode.

7.2 Magnetrührer.

7.3 Becherglas, Nennvolumen 400 ml.

7.4 Polytetrafluorethylen (PTFE) (Teflon®)-Stab.

7.5 Messkolben, Nennvolumen 100 ml.

7.6 Messkolben, Nennvolumen 1 000 ml.

8 Durchführung

8.1 Prüflösung

Ein Aliquot (a) des Extrakts mit einem Borgehalt von 2 mg bis 4 mg wird in ein 400-ml-Becherglas (7.3) gegeben. 150 ml Wasser werden hinzugefügt. Mehrere Tropfen der Methylrot-Indikatorlösung (6.2) werden hinzugefügt. Falls erforderlich, wird die Lösung durch Zugabe von Salzsäurelösung (6.3) bis zum Umschlagpunkt des Indikators angesäuert. Dann werden 3 g Natriumchlorid (6.8) hinzugefügt, die Lösung wird zum Kochen gebracht, um das Kohlendioxid zu entfernen. Es wird abkühlen gelassen.

Das Becherglas wird auf den Magnetrührer (7.2) gestellt und die Lösung mit dem Polytetrafluorethylen (PTFE)-Stab (7.4) gemischt. Die vorkalibrierten Elektroden des pH-Messgeräts (7.1) werden in das Becherglas eingeführt und der pH-Wert wird mit 0,5 mol/l-Natriumhydroxid-Lösung (6.4) erst auf etwa 5, dann mit 0,025 mol/l-Natriumhydroxidlösung (6.5) auf exakt pH = 6,3 eingestellt. 20 g D-Mannitol (6.7) werden hinzugefügt, vollständig gelöst und mit 0,025 mol/l-Natriumhydroxidlösung (6.5) auf einen pH-Wert von 6,3 titriert (mindestens 1 min Stabilität). X_1 ist das hierbei verbrauchte Volumen der 0,025 mol/l-Natriumhydroxidlösung (6.5).

8.2 Blindlösung

Es wird eine Blindlösung durch Wiederholung aller Verfahrensschritte ausgehend von der Vorbereitung der Lösungen hergestellt, lediglich das Düngemittel wird weggelassen. X_0 ist das hierbei verbrauchte Volumen der 0,025 mol/l-Natriumhydroxidlösung (6.5).

8.3 Bor-Wert (B) der 0,025 mol/l-Natriumhydroxidlösung (6.5)

20 ml der Kalibrierlösung (6.6) werden in ein 400-ml-Becherglas (7.3) pipettiert und mehrere Tropfen Methylrot-Indikatorlösung (6.2) werden hinzugefügt. Das Becherglas enthält 2,0 mg Bor. Es werden 3 g Natriumchlorid (6.8) und die Salzsäurelösung (6.3) bis zum Umschlagpunkt der Indikatorlösung hinzugegeben. Das Volumen wird auf 150 ml aufgefüllt und schrittweise zum Kochen gebracht, um das Kohlenstoffdioxid zu entfernen. Es wird abkühlen gelassen.

Das Becherglas (7.3) wird auf den Magnetrührer (7.2) gestellt und die Lösung wird mit dem PTFE-Stab (7.4) gemischt. Die vorkalibrierten Elektroden des pH-Messgeräts (7.1) werden in das Becherglas eingeführt und der pH-Wert wird mit 0,5 mol/l-Natriumhydroxid-Lösung (6.4) erst auf etwa 5, dann mit 0,025 mol/l-Natriumhydroxidlösung (6.5) auf exakt pH = 6,3 eingestellt.

20 g D-Mannitol (6.7) werden hinzugefügt, vollständig gelöst und mit 0,025 mol/l-Natriumhydroxidlösung (6.5) auf einen pH-Wert von 6,3 titriert (mindestens 1 min Stabilität). V_1 ist das hierbei verbrauchte Volumen der 0,025 mol/l-Natriumhydroxidlösung (6.5).

Es wird eine Blindlösung nach dem gleichen Verfahren hergestellt, wobei 20 ml Wasser durch die Kalibrierlösung ersetzt werden. V_0 ist das verbrauchte Volumen.

Der Bor-Wert (F) in mg/ml der NaOH-Standardlösung (6.5) wird wie folgt berechnet:

$$F = 2/(V_1 - V_0) \quad (1)$$

Dabei ist

V_0 das verbrauchte Volumen an 0,025 mol/l-Natriumhydroxidlösung (6.5) für die Titration der Blindlösung;