

DIN EN 17090

ICS 65.080

Einsprüche bis 2017-04-03

Entwurf

**Düngemittel –
Bestimmung des Nitrifikationshemmstoffs DMPSA in Düngemitteln –
Verfahren mit Hochleistungs-Flüssigchromatographie (HPLC);
Deutsche und Englische Fassung prEN 17090:2017**

Fertilizers –

Determination of nitrification inhibitor DMPSA in fertilizers –

Method using high-performance liquid chromatography (HPLC);

German and English version prEN 17090:2017

Engrais –

Dosage de l'inhibiteur de nitrification DMPSA –

Méthode par chromatographie liquide à haute performance (HPLC);

Version allemande et anglaise prEN 17090:2017

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2017-02-03 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 von 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 21 Seiten

DIN-Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN 17090:2017) 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 17090 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 5725-2:1994 siehe DIN ISO 5725-2: 2002-12

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN ISO 5725-2:2002-12, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen — Teil 2: Grundlegende Methode für Ermittlung der Wiederhol- und Vergleichpräzision eines vereinheitlichten Messverfahrens (ISO 5725-2:1994 einschließlich Technisches Korrigendum 1:2002)*

Düngemittel — Bestimmung des Nitrifikationshemmstoffs DMPSA in Düngemitteln — Verfahren mit Hochleistungs-Flüssigchromatographie (HPLC)

Engrais — Dosage de l'inhibiteur de nitrification DMPSA — Méthode par chromatographie liquide à haute performance (HPLC)

Fertilizers — Determination of nitrification inhibitor DMPSA in fertilizers — Method using high-performance liquid chromatography (HPLC)

ICS:

Deskriptoren

Dokument-Typ: Europäische Norm

Dokument-Untertyp:

Dokument-Stage: CEN-Umfrage

Dokument-Sprache: D

STD Version 2.8f

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	3
1 Anwendungsbereich	4
2 Normative Verweisungen	4
3 Begriffe	4
4 Kurzbeschreibung	4
5 Reagenzien	4
6 Geräte	4
7 Probenahme und Probenvorbereitung	5
8 Durchführung	5
8.1 Herstellung der Prüflösung	5
8.2 Herstellung der Kalibrierlösung	5
8.3 Herstellung der Eluenten	5
8.4 HPLC-Bedingungen	5
8.5 HPLC-Bestimmung	5
9 Berechnung und Angabe der Ergebnisse	6
10 Präzision	6
10.1 Ringversuch	6
10.2 Wiederholpräzision	7
10.3 Vergleichpräzision	7
11 Untersuchungsbericht	7
Anhang A (informativ) Ringversuchsergebnisse	8
Literaturhinweise	9

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN 17090:2017) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 260 „Düngemittel und Kalkdünger“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom DIN gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur CEN-Umfrage vorgelegt.

1 Anwendungsbereich

Diese Europäische Norm legt ein Verfahren zur Bestimmung des Nitrifikationshemmstoffs 2-(3,4-Dimethyl-pyrazol-1-yl)bernsteinsäure (DMPSA) mit Hochleistungs-Flüssigchromatographie (HPLC) fest. Das Verfahren ist für alle mineralischen Düngemittel anwendbar.

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 Proben-vorbereitung — 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*

3 Begriffe

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

4 Kurzbeschreibung

Die Düngemittelprobe wird in Wasser gelöst oder mit Wasser extrahiert. Die gelöste 2-(3,4-Dimethyl-pyrazol-1-yl)bernsteinsäure wird mittels HPLC mit UV-Detektor bestimmt.

5 Reagenzien

5.1 **Wasser**, HPLC-Qualität.

5.2 **Acetonitril**, HPLC-Qualität.

5.3 **Phosphorsäure**, 85 % für Analysezwecke.

5.4 **2-(3,4-Dimethyl-pyrazol-1-yl)bernsteinsäure**, CAS-Nr. 940-877-5, Reinheit > 99 %.

6 Geräte

6.1 **Analysenwaage**, mit einer Fehlergrenze von $\pm 0,1$ mg.

6.2 **Messkolben**, Nennvolumen 100 ml und 1 000 ml.

6.3 **Mikrofilter**, Porengröße 0,45 μm .

6.4 **HPLC-Einheit**, für isokratischen Betrieb mit UV-Detektor.

6.5 **Umkehrphasen-HPLC-Trennsäule**, z. B. C18, 7 μm , 250 mm $\times$ 4 mm.

Andere Säulentypen, die dem erwähnten Säulentyp gleichwertig sind, dürfen ebenfalls verwendet werden.

7 Probenahme und Probenvorbereitung

Die Probenahme ist kein Bestandteil des in diesem Dokument festgelegten Verfahrens. Ein empfohlenes Probenahmeverfahren ist in EN 1482-1 angegeben.

Die Probenvorbereitung muss nach EN 1482-2 durchgeführt werden.

8 Durchführung

8.1 Herstellung der Prüflösung

$(30 \pm 0,001)$ g der Untersuchungsprobe werden eingewogen und in einen 1 000-ml-Messkolben (6.2) überführt. Es werden etwa 900 ml Wasser (5.1) hinzugefügt und die Probe durch Rühren gelöst, bis die Lösung homogen ist. Der Kolben wird mit Wasser (5.1) auf 1 000 ml aufgefüllt.

Ein Teil der Probe wird durch ein Membranfilter (6.3) in einen kleinen Kolben filtriert, um eventuell vorhandene Konditionierungsmittel zu entfernen.

8.2 Herstellung der Kalibrierlösung

$(100 \pm 0,1)$ mg 2-(3,4-Dimethyl-pyrazol-1-yl)bernsteinsäure (5.4) werden eingewogen und in einen 1 000-ml-Messkolben (6.2) gegeben. Die Probe wird mit etwas Wasser (5.1) gelöst, gut homogenisiert und auf 1 000 ml aufgefüllt. 5 ml, 10 ml, 25 ml und 50 ml dieser Lösung werden jeweils in einen 100-ml-Messkolben (6.2) pipettiert und mit Wasser (5.1) auf 100 ml aufgefüllt. Die Lösungen werden zur Bestimmung der Kalibrierkurve verwendet.

8.3 Herstellung der Eluenten

900 ml Wasser (5.1) werden mit 100 ml Acetonitril (5.2) gemischt. Die Mischung wird mit 1 ml Phosphorsäure (5.3) versetzt und durch ein Mikrofilter (6.3) filtriert.

8.4 HPLC-Bedingungen

- Säule: z. B. C18, 7 μ m, 250 mm 4 mm;
- Säulentemperatur: Raumtemperatur;
- Eluent: Wasser/Acetonitril 90/10 mit 1 ml Phosphorsäure (siehe 8.3);
- Durchflussrate: 1 ml/min;
- Injektionsvolumen: 20 μ l;
- Wellenlänge: 232 nm
- Retentionszeit von DMPSA (bei einer Durchflussrate von 1 ml/min): etwa 10 min bis 12 min.

8.5 HPLC-Bestimmung

Zur Erstellung einer Kalibrierkurve wird jede Kalibrierlösung (8.2) zweimal nacheinander injiziert. Die Ausgleichsgerade und der Korrelationskoeffizient r werden unter Anwendung des Verfahrens der kleinsten Quadrate berechnet. Bei $r \geq 0,99$ kann die Kalibrierkurve zur Analyse verwendet werden.

Die Prüflösung (8.1) wird zweimal nacheinander injiziert.