

DIN EN 17246

ICS 65.080

Einsprüche bis 2018-05-23

Entwurf

**Düngemittel –
Bestimmung von Perchlorat in mineralischen Düngemitteln mit
Ionenchromatographie und Leitfähigkeitsnachweis (IC-CD);
Deutsche und Englische Fassung prEN 17246:2018**

Fertilizers –

Determination of perchlorate in mineral fertilizers by ion chromatography and conductivity detection (IC-CD);

German and English version prEN 17246:2018

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2018-03-23 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 22 Seiten

DIN-Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN 17246:2018) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 260 „Düngemittel und Kalkdünger“ erarbeitet, dessen Sekretariat von DIN (Deutschland) 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 beigelegt. Die Nutzungsbedingungen für den deutschen Text des Norm-Entwurfes gelten gleichermaßen auch für den englischen Text.

Für die in diesem Dokument zitierten internationalen Dokumente wird im Folgenden auf die entsprechenden deutschen Dokumente 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 Ermittlung der Wiederhol- und Vergleichpräzision eines vereinheitlichten Messverfahrens*

CEN/TC 260

Datum: 2018-03

prEN 17246:2018

CEN/TC 260

Sekretariat: DIN

Düngemittel — Bestimmung von Perchlorat in mineralischen Düngemitteln mit Ionenchromatographie und Leitfähigkeitdetektion (IC-CD);

Fertilizers — Determination of perchlorate in mineral fertilizers by ion chromatography and conductivity detection (IC-CD)

ICS:

Deskriptoren

Dokument-Typ: Europäische Norm
Dokument-Untertyp:
Dokument-Stage: CEN-Umfrage
Dokument-Sprache: D

STD Version 2.9d

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	3
1 Anwendungsbereich	4
2 Normative Verweisungen	4
3 Begriffe	4
4 Kurzbeschreibung	4
5 Reagenzien	4
6 Geräte und Hilfsmittel	5
7 Probennahme und Probenvorbereitung	5
8 Durchführung	5
8.1 Verifizierung der Bestimmungsgrenze des Verfahrens (LOQ-Methode, en: limit of quantification)	5
8.2 Vorbereitung der Prüflösungen und Probenanalyse	6
9 Berechnung und Angabe der Ergebnisse	6
10 Präzision	7
10.1 Qualitätssicherung	7
10.2 Ringversuch	7
10.3 Wiederholpräzision	7
10.4 Vergleichpräzision	7
11 Zusätzliche Bemerkungen	8
12 Prüfbericht	8
Anhang A (informativ) Statistische Ergebnisse des Ringversuchs	9
Literaturhinweise	10

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN 17246:2018) 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.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt ein Verfahren zur Bestimmung von Perchloratspuren in mineralischen Düngemitteln mit Ionenchromatographie und Leitfähigkeitsdetektion (IC-CD) fest.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente werden im Text in solcher Weise in Bezug genommen, dass einige Teile davon oder ihr gesamter Inhalt Anforderungen des vorliegenden Dokuments darstellen. 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, *Düngemittel und Calcium-/Magnesium-Bodenverbesserungsmittel — Wörterbuch — Teil 1: Allgemeine Begriffe*

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

EN ISO 3696, *Wasser für analytische Laborzwecke — Anforderungen und Prüfverfahren (ISO 3696)*

3 Begriffe

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

ISO und IEC stellen terminologische Datenbanken für die Verwendung in der Normung unter den folgenden Adressen bereit:

- IEC Electropedia: unter <http://www.electropedia.org/>
- ISO Online Browsing Platform: unter <http://www.iso.org/obp>

4 Kurzbeschreibung

Der Perchloratgehalt in der Düngemittelprobe wird nach Extraktion in Wasser durch Ionenchromatographie und Leitfähigkeitsdetektion bestimmt. Der Ionenchromatograph besteht aus einem Probeninjektor, einer Trennsäule und einem Detektor. Für geringeres Rauschen und einen niedrigeren Signaluntergrund kann ein Leitfähigkeitsdetektor mit Suppressor verwendet werden. Anionenaustauschharz wird als stationäre Phase und wässrige Lösungen von einbasigen und zweibasigen Salzen als mobile Phase verwendet.

5 Reagenzien

Alle Reagenzien müssen einen anerkannten analytischen Reinheitsgrad und eine vernachlässigbare Konzentration des zu bestimmenden Elements im Vergleich zur niedrigsten Konzentration dieses Elements in der Probenlösung haben.

5.1 Wasser, Qualität 1 nach EN ISO 3696.

5.2 Perchlorat Standardlösung, mit einer Massenkonzentration von $\rho(\text{ClO}_4^-) = 0,05 \text{ mg/l}$, $0,1 \text{ mg/l}$, $0,3 \text{ mg/l}$, $0,5 \text{ mg/l}$, $0,7 \text{ mg/l}$ und 1 mg/l .

5.3 Qualitätskontrollprobe, mit einer Massenkonzentration von $\rho(\text{ClO}_4^-) = 0,5 \text{ mg/l}$, hergestellt aus einer zertifizierten Lösung (z. B. $\rho(\text{ClO}_4^-) = 1\,000 \text{ mg/l}$ eines zertifizierten Perchlorat-Standards).

5.4 Eluens für IC-CD, wie vom Hersteller zur Bestimmung von Perchlorat vorgegeben.

Das vom Hersteller des Messgeräts vorgegebene Eluens hängt vom verwendeten Messgerät ab, daher dürfen unterschiedliche Eluenten verwendet werden.

6 Geräte und Hilfsmittel

Übliche Laborausstattung, Glasgeräte und Folgendes:

6.1 Ionenchromatograph, mit IC-CD-Technik.

Für geringeres Rauschen und einen niedrigeren Signaluntergrund kann ein Leitfähigkeitsdetektor mit Suppressor verwendet werden. In Bezug auf die Säulenauswahl, die instrumentellen Bedingungen und weitere Informationen zur Anwendung wird nach den Anweisungen des Herstellers verfahren.

6.2 Messkolben, Nennvolumen 100 ml und 50 ml.

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

6.4 Messpipetten, Nennvolumen 5 ml und 10 ml.

6.5 Membranfilter und Spritze, mit einem Filterdurchmesser von 25 mm und einer Porengröße von $0,22 \mu\text{m}$.

7 Probennahme und Probenvorbereitung

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

8 Durchführung

8.1 Verifizierung der Bestimmungsgrenze des Verfahrens (LOQ-Methode, en: limit of quantification)

8.1.1 10 Blindproben werden untersucht, indem Wasser (5.1) injiziert wird. Die Fläche der Blindproben wird mit einem Zeitintervall für Perchlorate integriert.

8.1.2 Die Proben für die Kalibrierkurve werden vorbereitet und die Proben verarbeitet.

8.1.3 Die instrumentelle Bestimmungsgrenze ($LOQ_{\text{instrumental}}$ in mg/l) wird nach Gleichung (1) berechnet.

$$LOQ_{\text{instrumental}} = \frac{10 \times SD}{a} \quad (1)$$

Dabei ist

SD die Standardabweichung für die 10 Blindproben, in Milligramm je Liter;

a die Steigung der Kalibrierkurve.