

DIN EN 17411

ICS 65.080

Einsprüche bis 2019-09-05

Entwurf

**Düngemittel –
Bestimmung von Perchlorat in mineralischen Düngemitteln –
Bestimmung mittels Flüssig-Chromatographie und
Tandem-Massenspektrometrischer Detektion (LC-MS/MS);
Deutsche und Englische Fassung prEN 17411:2019**

Fertilizers –

Determination of perchlorate in mineral fertilizers by liquid chromatography and tandem mass spectrometry detection (LC-MS/MS);

German and English version prEN 17411:2019

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2019-07-05 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, Saatwinkler Damm 42/43, 13627 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 17411:2019) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 260 „Düngemittel und Kalkdünger“ erarbeitet, dessen Sekretariat von DIN (Deutschland) gehalten wird.

Das zuständige nationale Normungsgremium ist der Arbeitsausschuss NA 057-03-02 AA „Düngemittel“ im DIN-Normenausschuss 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 die Ermittlung der Wiederhol- und Vergleichpräzision eines vereinheitlichten Messverfahrens*

**Düngemittel — Bestimmung von Perchlorat in mineralischen
Düngemitteln — Bestimmung mittels Flüssig-Chromatographie und
Tandem-Massenspektrometrischer Detektion (LC-MS/MS)**

Fertilizers — Determination of perchlorate in mineral fertilizers by liquid chromatography and tandem mass spectrometry detection (LC-MS/MS)

ICS:

Deskriptoren

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

STD Version 2.9p

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	3
1 Anwendungsbereich	4
2 Normative Verweisungen	4
3 Begriffe	4
4 Kurzbeschreibung	4
5 Reagenzien	4
6 Geräte und Ausrüstung	5
7 Durchführung	5
7.1 Probenahme und Probenvorbereitung	5
7.2 Matrix-Kalibrierkurve	5
7.3 Bestimmung des Perchloratgehalts in den Prüflösungen	6
8 Berechnung	7
9 Präzision	7
9.1 Ringversuch	7
9.2 Wiederholpräzision	7
9.3 Vergleichpräzision	7
10 Zusätzliche Bemerkungen	8
11 Prüfbericht	8
Anhang A (informativ) Ergebnisse des Ringversuchs	9
Literaturhinweise	10

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN 17411:2019) 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 mittels Flüssig-Chromatographie und Tandem-Massenspektrometrischer Detektion (LC-MS/MS) fest. Das Verfahren ist für mineralische Düngemittel anwendbar.

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 Zwecke* — Spezifikation und Prüfverfahren (ISO 3696)

EN ISO 14820-2, *Düngemittel und Kalkdünger* — Probenahme und Probenvorbereitung — Teil 2: *Probenvorbereitung*

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:

— ISO Online Browsing Platform: verfügbar unter <http://www.iso.org/obp>

— IEC Electropedia: verfügbar unter <http://www.electropedia.org/>

4 Kurzbeschreibung

Der Perchloratgehalt in der Düngemittelprobe wird nach Extraktion in Wasser durch Flüssig-Chromatographie mit Tandem-Massenspektrometrischer Detektion bestimmt. Die Probe wird gelöst, gefiltert und direkt mittels LC-MS/MS analysiert. Die Quantifizierung erfolgt anhand einer Matrix-Kalibrierkurve.

5 Reagenzien

Es werden ausschließlich Reagenzien von anerkannter Analysenreinheit verwendet.

5.1 Wasser, Qualität 3 nach EN ISO 3696.

5.2 Blindlösung, ähnlich der Probe, aber frei von Perchlorat.

5 g Kaliumnitrat werden in 250 ml Elutionsmittel (5.4) eingewogen.

5.3 Perchlorat-Standardlösungen, $\rho(\text{ClO}_4^-) = 1 \text{ mg/l}$ und 10 mg/l .

Die Perchlorat-Standard-Stammlösungen werden aus einer zertifizierten Perchloratlösung hergestellt.

5.4 Elutionsmittel, für LC-MS/MS (mobile Phase), Wasser+Acetonitril 1+1 Volumenanteile, Essigsäure 0,1 %.

6 Geräte und Ausrüstung

Übliche Laborausstattung, Glasgeräte und Folgendes:

6.1 LC-MS/MS-System:

6.1.1 Säule.

Für die Bestimmung des Perchloratgehalts wird die Verwendung einer Säule des Typs KP-RPX 250 × 4,6, 5 µm von K'(Prime) Technologies¹ empfohlen. Säulen mit ähnlichen Eigenschaften dürfen ebenfalls verwendet werden.

6.1.2 Ausrüstung.

Es wird ein Massenspektrometer mit Elektrospray-Ionisation (ESI) im negativen Modus verwendet. Die Massenübergänge für das Perchlorat-Ion sind: (–) 99/83, (–) 101/85.

6.2 Analysenwaage, mit einer Fehlergrenze von $\pm 0,1 \text{ mg}$.

6.3 Messkolben, mit Nennvolumen von 1 000 ml, 250 ml, 50 ml und 10 ml.

6.4 Nylonfilter, mit einer 0,22-µm-Filtermembran.

6.5 Autosampler-Fläschchen, geeignet für LC-Autosampler.

7 Durchführung

7.1 Probenahme und Probenvorbereitung

Die Probenahme ist kein Bestandteil dieser Europäischen Norm. Ein empfohlenes Probenahmeverfahren ist in EN ISO 14820-1 [1] angegeben.

Die Probenvorbereitung muss nach EN ISO 14820-2 durchgeführt werden.

7.2 Matrix-Kalibrierkurve

Die Erstellung der Kalibrierkurve erfolgt matrixbasiert, um Matrixeffekte zu kompensieren.

Für die Kalibrierlösung werden 5 ml Acetonitril quantitativ in einen 10-ml-Messkolben (6.3) gegeben. Anschließend wird ein angemessenes Volumen an Perchlorat-Standardlösung (5.3) nach Tabelle 1 dazugegeben und mit der Blindlösung auf das erforderliche Volumen aufgefüllt.

¹ Bei der Säule KP-RPX 250 × 4,6, 5 µm von K'(Prime) Technologies handelt es sich um ein Beispiel für ein im Handel erhältliches geeignetes Gerät. Diese Angabe dient nur der Information der Anwender dieses Dokuments und stellt keine Anerkennung dieses Produkts durch CEN dar. Gleichwertige Produkte dürfen verwendet werden, wenn nachgewiesen werden kann, dass sie zu denselben Ergebnissen führen.