

DIN EN 17864



ICS 65.080

Entwurf

Einsprüche bis 2022-09-01
Vorgesehen mit
E DIN EN 15705:2022-08
als Ersatz für
DIN EN 15705:2010-07

**Anorganische Düngemittel –
Bestimmung des Stickstoffgehalts in IBDU (Isobutylidendiarnstoff) und
CDU (Crotonylidendiarnstoff);
Deutsche und Englische Fassung prEN 17864:2022**

Inorganic fertilizers –
Determination of nitrogen content in IBDU (isobutylidenediurea) and CDU
(crotonylidenediurea);
German and English version prEN 17864:2022

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2022-07-01 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 oder Am DIN-Platz, 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 28 Seiten

DIN-Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN 17864:2022) 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 Dokumente wird im Folgenden auf die entsprechenden deutschen Dokumente hingewiesen:

ISO 5725-1	siehe	DIN ISO 5725-1
ISO 5725-2	siehe	DIN ISO 5725-2

Aktuelle Informationen zu diesem Dokument können über die Internetseiten von DIN (www.din.de) durch eine Suche nach der Dokumentennummer aufgerufen werden.

Änderungen

Gegenüber DIN EN 15705:2010-07 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) DIN EN 15705:2010-07 ist in zwei Teile aufgeteilt;
- b) das Verfahren A aus DIN EN 15705:2010-07 ist in diesem Dokument enthalten;
- c) das Verfahren B aus DIN EN 15705:2010-07 wird in E DIN EN 15705:2022-08 überführt;
- d) redaktionelle Überarbeitung des Dokuments.

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN ISO 5725-1, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen — Teil 1: Allgemeine Grundlagen und Begriffe (ISO 5725-1:1994)*

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 (ISO 5725-2:2019)*

– *Entwurf* –

E DIN EN 17864:2022-08

– Leerseite –

**Anorganische Düngemittel – Bestimmung des Stickstoffgehalts in IBDU
(Isobutylidendiarnstoff) und CDU (Crotonylidendiarnstoff)**

Inorganic fertilizers – Determination of nitrogen content in IBDU (isobutylidenediurea) and CDU (crotonylidenediurea)

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	3
1 Anwendungsbereich	4
2 Normative Verweisungen	4
3 Begriffe	4
4 Kurzbeschreibung	4
5 Reagenzien	4
6 Geräte	5
7 Probenahme und Probenvorbereitung	5
8 Durchführung	5
8.1 Allgemeines	5
8.2 Kalibrierung	5
8.2.1 IBDU-Stammlösung, Massenkonzentration $\rho(\text{IBDU}) = 100 \text{ mg/l}$	5
8.2.2 CDU-Stammlösung, $\rho(\text{CDU}) = 100 \text{ mg/l}$	5
8.2.3 Kalibrierlösungen	6
8.3 Herstellung der Prüflösung	6
8.4 Messung	6
9 Berechnung und Auswertung des Ergebnisses	6
10 Präzision	7
10.1 Ringversuch	7
10.2 Wiederholpräzision	7
10.3 Vergleichpräzision	7
11 Untersuchungsbericht	7
Anhang A (informativ) Ergebnisse der Ringversuche	8
Anhang B (informativ) Beispiel-Chromatogramm und -Kalibrierkurven	9
B.1 Beispiel-Chromatogramm	9
B.2 Beispiel-Kalibrierkurven	9
Anhang C (informativ) Beispielbedingungen für ein geeignetes HPLC-System	11
Literaturhinweise	12

Bilder

Bild B.1 — Beispiel-Chromatogramm	9
Bild B.2 — Beispiel-Kalibrierkurve für CDU	10
Bild B.3 — Beispiel-Kalibrierkurve für IBDU	10

Tabellen

Tabelle 1 — Herstellung der Kalibrierlösungen	6
Tabelle 2 — Mittelwerte, Wiederhol- und Vergleichsgrenzen	7
Tabelle A.1 — Statistische Ergebnisse der Ringversuche	8

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN 17864:2022) 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.

Zusammen mit prEN 15705:2022 wird dieses Dokument EN 15705:2010 ersetzen.

Im Vergleich zu EN 15705:2010 wurden folgende technische Änderungen vorgenommen:

- EN 15705:2010 wird in zwei Teile aufgeteilt:
 - Verfahren A von EN 15705:2010 ist in diesem Dokument angegeben.
 - Verfahren B von EN 15705:2010 ist in prEN 15705:2022 übernommen worden.

Dieses Dokument wurde im Rahmen eines Normungsauftrags erarbeitet, den die Europäische Kommission und die Europäische Freihandelsassoziation CEN erteilt haben, und unterstützt grundlegende Anforderungen der EU-Richtlinie(n).

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt ein Verfahren zur Bestimmung des Stickstoffgehalts in IBDU (Isobutylidendiarnstoff) und CDU (Crotonylidendiarnstoff) durch Hochleistungs-Flüssigkeitschromatographie (en: High Performance Liquid Chromatography [HPLC]) 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 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*

EN ISO 3696:1995, *Wasser für analytische Zwecke — Spezifikation und Prüfverfahren (ISO 3696:1987)*

3 Begriffe

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

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

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

4 Kurzbeschreibung

Die Probe wird mit Wasser extrahiert und nach angemessener Verdünnung mit einem geeigneten HPLC-System analysiert.

5 Reagenzien

Es sind nur Reagenzien von anerkannter Analysenreinheit und destilliertes oder demineralisiertes Wasser, frei von Kohlendioxid und allen stickstoffhaltigen Verbindungen (Qualität 3 nach EN ISO 3696:1995) zu verwenden.

- 5.1 Acetonitril**, HPLC-Qualität.
- 5.2 Isobutylidendiarnstoff (IBDU)**, in Reinform, als Standard.
- 5.3 Crotonylidendiarnstoff (CDU)**, in Reinform, als Standard.
- 5.4 Elutionsmittel**, Acetonitril + Wasser (10 + 90, V + V).

100,0 ml Acetonitril (5.1) werden mit 900,0 ml Wasser gemischt und gut homogenisiert.

6 Geräte

Übliche Laborgeräte und Laborglasgeräte und insbesondere die folgenden.

6.1 Analysenwaage, geeignet für Messungen auf 0,1 mg.

6.2 Ultraschallbad.

6.3 Magnetrührer.

6.4 EinmalgebrauchsfILTER, 0,45 µm.

6.5 HPLC-System mit den folgenden Bestandteilen.

6.5.1 UV-Detektor.

6.5.2 HPLC-Säule mit Umkehrphase.

Ein Beispiel für eine geeignete Säule und geeignete Analysebedingungen ist in Anhang C angegeben.

Ein annehmbares Chromatogramm, wie das als Beispiel in Anhang B dargestellte, kann mit einer Kieselgel-Säule mit C18-Umkehrphase erreicht werden.

7 Probenahme und Probenvorbereitung

Die Probenahme ist nicht Bestandteil des im vorliegenden Dokument festgelegten Verfahrens. Ein zu empfehlendes Probenahmeverfahren ist in EN 1482-1 angegeben.

Die Probenvorbereitung muss nach EN 1482-2 durchgeführt werden.

8 Durchführung

8.1 Allgemeines

IBDU kann in wässriger Lösung Harnstoff bilden. Aus diesem Grund muss die Messung der Kalibrier- und der Probenlösungen innerhalb eines Arbeitstages abgeschlossen werden.

Die Konzentrationen von CDU und IBDU in den Probenlösungen müssen innerhalb der Kalibriergrenzen (siehe 8.2) gehalten werden, um eine ausreichende Vergleichpräzision sicherzustellen.

8.2 Kalibrierung

8.2.1 IBDU-Stammlösung, Massenkonzentration $\rho(\text{IBDU}) = 100 \text{ mg/l}$

In einen 1 000-ml-Kolben werden 100/ P mg IBDU (5.2) auf 0,1 mg eingewogen, wobei P die Reinheit des IBDU, angegeben als reine Zahl, ist, und etwa 900 ml Wasser hinzugefügt. Nach dem Lösen im Ultraschallbad (6.2) für etwa 10 min wird auf einem Magnetrührer (6.3) für etwa 1 h gerührt. Das Volumen wird bis zur Marke mit Wasser aufgefüllt. Eine Filtration ist nicht erforderlich.

8.2.2 CDU-Stammlösung, $\rho(\text{CDU}) = 100 \text{ mg/l}$

In einen 1 000-ml-Kolben werden 100/ P mg CDU (5.3) auf 0,1 mg eingewogen, wobei P die Reinheit des IBDU, angegeben als reine Zahl, ist, und etwa 900 ml Wasser hinzugefügt. Nach dem Lösen im Ultraschallbad (6.2) für etwa 10 min wird auf einem Magnetrührer (6.3) für etwa 1 h gerührt. Das Volumen wird bis zur Marke mit Wasser aufgefüllt. Eine Filtration ist nicht erforderlich.