

2018

Hnojiva – Chromatografické stanovení chelatačních činidel v hnojivech –
Část 2: Stanovení železa chelatovaného [o,o] EDDHA, [o,o] EDDHMA
a HBED nebo chelatačních činidel iontovou párovou chromatografií

ČSN
EN 13368-2
65 4851

Fertilizers – Determination of chelating agents in fertilizers by chromatography –
Part 2: Determination of Fe chelated by [o,o] EDDHA, [o,o] EDDHMA and HBED, or the amount of
chelating agents,
by ion pair chromatography

Engrais – Détermination des agents chélatants dans les engrais par chromatographie –
Partie 2: Détermination du fer chélaté [o,o] EDDHA, [o,o] EDDHMA et HBED, ou de la quantité
d'agents chélatants,
par chromatographie d'appariement d'ions

Düngemittel – Bestimmung von Chelatbildnern in Düngemitteln mit Chromatographie –
Teil 2: Bestimmung von Fe chelatisiertem [o,o] EDDHA, [o,o] EDDHMA und HBED, oder der Summe
der Chelatbildner,
mit Ionen-Paarchromatographie

Tato norma je českou verzí evropské normy EN 13368-2:2017. Překlad byl zajištěn Českou
agenturou pro standardizaci. Má stejný status jako oficiální verze.

This standard is the Czech version of the European Standard EN 13368-2:2017. It was translated by
the Czech Standardization Agency. It has the same status as the official version.

Nahrazení předchozích norem

Touto normou se nahrazuje ČSN EN 13368-2 (65 4851) z dubna 2013.

Národní předmluva

Změny proti předchozí normě

Hlavní změny proti předchozí normě jsou uvedeny v evropské předmluvě.

Informace o citovaných dokumentech

EN 1482-2 zavedena v ČSN EN 1482-2 (65 4821) Hnojiva a materiály k vápnění půd – Vzorkování
a příprava vzorku – Část 2: Příprava vzorku

EN 12944-1:1999 zavedena v ČSN EN 12944-1:2002 (65 4800) Hnojiva a materiály k vápnění půd – Slovník – Část 1: Všeobecné termíny

EN 12944-2:1999 zavedena v ČSN EN 12944-2:2002 (65 4800) Hnojiva a materiály k vápnění půd – Slovník – Část 2: Termíny vztahující se ke hnojivům

EN ISO 3696 zavedena v ČSN ISO 3696 (68 4051) Jakost vody pro analytické účely. Specifikace a zkušební metody

Souvisící ČSN

ČSN EN 1482-1 (65 4821) Hnojiva a materiály k vápnění půd – Vzorkování a příprava vzorku – Část 1: Vzorkování

ČSN ISO 5725-2:1997 (01 0251) Přesnost (správnost a shodnost) metod a výsledků měření – Část 2: Základní metoda pro stanovení opakovatelnosti a reprodukovatelnosti normalizované metody měření

Souvisící právní předpisy

Nařízení Evropského parlamentu a Rady (ES) č. 2003/2003 ze dne 13. října 2003 o hnojivech, v platném znění

Vypracování normy

Zpracovatel: Kateřina Šléglová, IČO 76130509

Pracovník České agentury pro standardizaci: Ing. Radmila Foretová

Česká agentura pro standardizaci je státní příspěvková organizace zřízená Úřadem pro technickou normalizaci, metrologii a státní zkušebnictví na základě ustanovení § 5 odst. 2 zákona č. 22/1997 Sb., o technických požadavcích na výrobky a o změně a doplnění některých zákonů, ve znění pozdějších předpisů.

EVROPSKÁ NORMA
EUROPEAN STANDARD
NORME EUROPÉENNE
EUROPÄISCHE NORM

EN 13368-2

Listopad 2017

ICS 65.080
EN 13368-2:2012

Nahrazuje

Hnojiva – Chromatografické stanovení chelatačních činidel v hnojivech –
Část 2: Stanovení železa chelatovaného [o,o] EDDHA, [o,o] EDDHMA a HBED, nebo chelatačních
činidel, iontovou párovou chromatografií

Fertilizers – Determination of chelating agents in fertilizers by chromatography –
Part 2: Determination of Fe chelated by [o,o] EDDHA, [o,o] EDDHMA and HBED,
or the amount of chelating agents, by ion pair chromatography

Engrais – Détermination des agents chélatants dans les engrais par chromatographie –
Partie 2: Détermination du fer chélaté [o,o] EDDHA, [o,o] EDDHMA et HBED, ou de la quantité d'agents chélatants, par chromatographie d'appariement d'ions

Düngemittel – Bestimmung von Chelatbildnern in Düngemitteln mit Chromatographie –
Teil 2: Bestimmung von Fe chelatisiertem [o,o] EDDHA, [o,o] EDDHMA und HBED, oder der Summe der Chelatbildner, mit Ionen-Paarchromatographie

Tato evropská norma byla schválena CEN dne 2017-09-11.

Členové CEN jsou povinni splnit vnitřní předpisy CEN/CENELEC, v nichž jsou stanoveny podmínky, za kterých se této evropské normě bez jakýchkoliv modifikací uděluje status národní normy.

Aktualizované seznamy a biblio-

grafické citace týkající se těchto národních norem lze obdržet na vyžádání v Řídicím centru CEN-CENELEC nebo u kteréhokoli člena CEN.

Tato evropská norma existuje ve třech oficiálních verzích (anglické, francouzské, německé). Verze v každém jiném jazyce přeložená členem CEN do jeho vlastního jazyka, za kterou zodpovídá a kterou notifikuje Řídicímu centru CEN-CENELEC, má stejný status jako oficiální verze.

Členy CEN jsou národní normalizační orgány Belgie, Bulharska, Bývalé jugoslávské republiky Makedonie, České republiky, Dánska, Estonska, Finska, Francie, Chorvatska, Irska, Islandu, Itálie, Kypru, Litvy, Lotyšska, Lucemburska, Maďarska, Malty, Německa, Nizozemska, Norska, Polska, Portugalska, Rakouska, Rumunska, Řecka, Slovenska, Slovinska, Spojeného království, Srbska, Španělska, Švédska, Švýcarska a Turecka.



Evropský výbor pro normalizaci

European Committee for Standardization

Comité Européen de Normalisation

Europäisches Komitee für Normung

Řídicí centrum CEN-CENELEC: Avenue Marnix 17, B-1000 Brusel

© 2017 CEN Veškerá práva pro využití v jakékoliv formě a jakýmikoliv prostředky

Ref. č. EN 13368-2:2017 E

jsou celosvětově vyhrazena národním členům CEN.

Evropská předmluva.....	6
1..... Předmět normy.....	7
2..... Citované dokumenty.....	7
3..... Termíny a definice.....	7
4..... Princip.....	7
5..... Rušivé vlivy.....	8
6..... Chemikálie.....	8
7..... Přístroje.....	9
8..... Vzorkování a příprava vzorku.....	9
9..... Postup.....	10
9.1..... Příprava roztoku vzorku pro cheláty železa.....	10
9.2..... Příprava roztoku vzorku pro cheláty jiných mikroelementů.....	10
9.3..... Příprava kalibračních roztoků.....	10

9.4.....	Chromatografická	
analýza.....		
....	10	
10.....	Vyjádření	
výsledků.....		
.....	14	
10.1 ...	Fe v chelátech	
Fe.....		
.....	14	
10.1.1	Fe chelatované [o,o] EDDHA nebo [o,o] EDDHMA v Fe-[o,o] EDDHA nebo Fe-[o,o] EDDHMA.....	14
10.1.2	Fe chelatované HBED v Fe-HBED	
chelátech.....		14
10.2 ...	Chelatační činidla	
v hnojivech.....		
....	15	
10.2.1	Hmotnostní zlomek chelatačního činidla v hnojivech obsahujících [o,o] EDDHA nebo [o,o] EDDHMA.....	15
10.2.2	Hmotnostní zlomek chelatačního činidla v hnojivech obsahujících HBED.....	15
11.....		
Preciznost.....		
.....	15	
11.1....	Mezilaboratorní	
zkouška.....		
.....	15	
11.2....		
Opakovatelnost.....		
.....	15	
11.3....		
Reprodukovatelnost.....		
.....	16	
12.....	Protokol	
o zkoušce.....		
.....	16	
Příloha A	(informativní) Statistické výsledky mezilaboratorních	
zkoušek.....		17
A.1.....	Statistické výsledky mezilaboratorní zkoušky uskutečněné v roce	
2003.....		17

A.1.1.. Zkušební vzorky.....	17
A.1.2.. Postup mezilaboratorní zkoušky.....	17
A.1.3.. Výsledky a statistické vyhodnocení.....	17
A.2..... Statistické výsledky mezilaboratorní zkoušky uskutečněné v roce 2010.....	18
A.2.1.. Zkušební vzorky.....	18
A.2.2.. Postup mezilaboratorní zkoušky.....	18
A.2.3.. Výsledky a statistické vyhodnocení.....	18
A.3..... Statistické výsledky mezilaboratorní zkoušky uskutečněné v roce 2014 – část A.....	19
A.3.1.. Účel.....	19
A.3.2.. Zkušební vzorky.....	19
A.3.3.. Postup mezilaboratorní zkoušky.....	19
A.3.4.. Výsledky a statistické vyhodnocení.....	19
A.4..... Statistické výsledky mezilaboratorní zkoušky uskutečněné v roce 2014 – část B.....	20
A.4.1.. Účel.....	20

A.4.2.. Zkušební vzorky	
.....	20
A.4.3.. Postup mezilaboratorní zkoušky	20
A.4.4.. Výsledky a statistické vyhodnocení	
21	
Příloha B (informativní) Obecný postup pro stanovení titrační čistoty chelatačních činidel s využitím automatického fotometrického titrátoru.....	
.....	22
Příloha C (informativní) Úplné názvy chelatačních činidel.....	23
Bibliografie	
.....	24

Evropská předmluva

Tento dokument (EN 13368-2:2017) vypracovala technická komise CEN/TC 260 *Hnojiva a materiály k vápnění půd*, jejíž sekretariát zajišťuje DIN.

Této evropské normě je nutno nejpozději do května 2018 udělit status národní normy, a to buď vydáním identického textu, nebo schválením k přímému používání, a národní normy, které jsou s ní v rozporu, je nutno zrušit nejpozději do května 2018.

Upozorňuje se na možnost, že některé prvky tohoto dokumentu mohou být předmětem patentových práv. CEN [a/nebo CENELEC] nelze činit odpovědným za identifikaci jakéhokoliv nebo všech patentových práv.

Tento dokument nahrazuje EN 13368-2:2012.

Tento dokument byl vypracován na základě mandátu uděleného CEN Evropskou komisí a Evropským sdružením volného obchodu.

Ve srovnání s normou EN 13368-2:2012 byly provedeny následující změny:

- a) do předmětu normy a názvu bylo doplněno stanovení chelatačních činidel;
- b) derivatizační metoda pro stanovení chelatačních činidel je vysvětlena v kapitole 4 Princip;
- c) byla doplněna nová možnost pro přípravu roztoku Fe-[o,o] EDDHA, začínající od standardu Fe-[o,o] EDDHA v 6.6;
- d) do kapitoly 10 byl doplněn výpočet hmotnostního zlomku chelatačních činidel, včetně vzorců (3) a (4);
- e) tabulka 2 byla rozšířena o data preciznosti pro mezilaboratorní porovnávací zkoušku z roku 2014;
- f) do kapitoly 12 byly doplněny informace k typu standardu použitého pro vzorky Fe-[o,o] EDDHA a k možnosti uvádět obsahy chelatačních činidel;
- g) byly přidány výsledky mezilaboratorní porovnávací zkoušky provedené v roce 2014, část A a část B (A.3 a A.4);
- h) byly technicky revidovány úplné názvy chelatačních činidel v příloze C;
- i) byly provedeny ediční úpravy.

EN 13368 *Hnojiva – Chromatografické stanovení chelatačních činidel v hnojivech* se skládá z následujících částí:

- Část 1: Stanovení EDTA, HEEDTA a DTPA iontovou chromatografií
- Část 2: Stanovení železa chelatovaného [o,o] EDDHA, [o,o] EDDHMA a HBED nebo množství chelatačních činidel iontovou párovou chromatografií
- Část 3: Stanovení [S,S]-EDDS iontovou párovou chromatografií

Podle vnitřních předpisů CEN-CENELEC jsou tuto evropskou normu povinny zavést národní normalizační organizace následujících zemí: Belgie, Bulharska, Bývalé jugoslávské republiky Makedonie, České republiky, Dánska, Estonska, Finska, Francie, Chorvatska, Irska, Islandu, Itálie, Kypru, Litvy, Lotyšska, Lucemburska, Maďarska, Malty, Německa, Nizozemska, Norska, Polska, Portugalska, Rakouska, Rumunska, Řecka, Slovenska, Slovinska, Spojeného království, Srbska, Španělska, Švédsko, Švýcarsko a Turecko.

1 Předmět normy

Tato evropská norma specifikuje metodu chromatografického stanovení železa chelatovaného každým individuálním orto(hydroxy)-orto(hydroxy) izomerem chelatačního činidla [o,o] EDDHA, [o,o] EDDHMA a HBED v hnojivech obsa-

hujících jednu nebo více těchto látek, kromě směsí [o,o] EDDHMA a HBED. Tato metoda umožňuje identifikaci a stanovení celkové koncentrace vodorozpuštěného železa chelatovaného těmito chelatačními činidly. Také, po derivatizaci pomocí Fe, může být stanoveno rozpuštěné množství chelatačního činidla, jsou-li jiné mikroelementy mimo Fe, přítomny v hnojivech obsahujících [o,o] EDDHA, [o,o] EDDHMA nebo HBED.

Tato metoda je použitelná pro hnojiva ES uvedená v nařízení (ES) č. 2003/2003 [4]. Je použitelná pro stanovení hmotnostního zlomku chelatovaného kovu nejméně 0,625 %.

POZNÁMKA 1 Látky EDDHA (ethylendiamino-N,N'-di[(hydroxyfenyl)octová kyselina] a EDDHMA (ethylendiamino-N,N'-di[(hydroxymethylfenyl)octová kyselina] existují v několika různých izomerních formách. Jsou známy poziční izomery pro hydroxylové či methylové skupiny (v pozicích orto, meta a para), stejně jako stereoizomery (meso a dl racemické formy). Jak meso, tak dl racemické formy [orto,orto]-EDDHA a [orto,orto]-EDDHMA jsou pozičními izomery hydroxylových skupin povolené nařízením (ES) č. 2003/2003. Vzhledem k tomu, že para, meta a orto poziční izomery methylové skupiny EDDHMA vykazují dosti podobnou stabilitu, mohou být spojeny: ve zde popsané metodě jsou para, meta a orto poziční izomery methylové skupiny [o,o] EDDHMA posuzovány společně. HBED (N,N'-bis(2-hydroxybenzyl)-ethylendiamino-N,N'-dioctová kyselina) se nevyskytuje v izomerních formách.

POZNÁMKA 2 V současnosti existují analyticky čisté standardy pouze pro [orto,orto] EDDHA, [orto,orto] EDDHMA a HBED. Všechny ostatní látky byly jako standard nedostupné, vliv jejich případné přítomnosti ve vzorcích (s ohledem na citlivost a selektivitu této metody) nebyl studován.

POZNÁMKA 3 Meso a dl racemické formy [o,o] EDDHA a [o,o] EDDHMA mohou být touto metodou stanoveny odděleně.

Konec náhledu - text dále pokračuje v placené verzi ČSN.