

ČESKÁ TECHNICKÁ NORMA

ICS 65.080 **Duben 2013**

Hnojiva - Chromatografické stanovení chelátotvorných činidel v hnojivech - Část 2: Stanovení železa chelatovaného o,o-EDDHA, o,o-EDDHMA a HBED 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 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 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 mit Ionen-Paarchromatographie

Tato norma je českou verzí evropské normy EN 13368-2:2012. Překlad byl zajištěn Úřadem pro technickou normalizaci, metrologii a státní zkušebnictví. Má stejný status jako oficiální verze.

This standard is the Czech version of the European Standard EN 13368-2:2012. It was translated by the Czech Office for Standards, Metrology and Testing. It has the same status as the official version.

Nahrazení předchozích norem

Touto normou se nahrazuje ČSN EN 13368-2 (65 4851) z října 2009.

Národní předmluva

Změny proti předchozí normě

Změny proti předchozí normě jsou uvedeny v předmluvě.

Informace o citovaných dokumentech

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

Vypracování normy

Zpracovatel: Kateřina Šléglová, IČ 76130509

Pracovník Úřadu pro technickou normalizaci, metrologii a státní zkušebnictví: Ing. Linda Zvárová

EVROPSKÁ NORMA EN 13368-2
EUROPEAN STANDARD
NORME EUROPÉENNE
EUROPÄISCHE NORM Srpen 2012

ICS 65.080 Nahrazuje EN 13368-2:2007

Hnojiva - Chromatografické stanovení chelátotvorných činidel v hnojivech -
Část 2: Stanovení železa chelátovaného o,o-EDDHA, o,o-EDDHMA
a HBED 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 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 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
mit Ionen-Paarchromatographie

Tato evropská norma byla schválena CEN dne 2012-07-06.

Členové CEN jsou povinni splnit vnitřní předpisy CEN/CENELEC, v nichž jsou stanoveny podmínky, za kterých se musí této evropské normě bez jakýchkoliv modifikací dát status národní normy. Aktualizované seznamy a bibliografické citace týkající se těchto národních norem lze obdržet na vyžádání v Řídicím centru CEN-CENELEC nebo u kteréhokoliv 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, Španělska, Švédska, Švýcarska a Turecka.

European Committee for Standardization
Comité Européen de Normalisation
Europäisches Komitee für Normung
Řídicí centrum: Avenue Marnix 17, B-1000 Brusel

© 2012 CEN Veškerá práva pro využití v jakékoli formě a jakýmikoli prostředky Ref. č.
EN 13368-2:2012 E
jsou celosvětově vyhrazena národním členům CEN.

Obsah

Strana

Předmluva	5
1 Předmět normy	6
2 Citované dokumenty	6
3 Termíny a definice	6
4 Princip	6
5 Rušivé vlivy	6
6 Chemikálie	7
7 Přístroje	8
8 Vzorkování a příprava vzorku	8
9 Postup	8
9.1 Příprava roztoku vzorku	8
9.2 Příprava kalibračních roztoků	9
9.3 Chromatografická analýza	9
10 Vyjádření výsledků (Fe v Fe-chelátech)	12
10.1 Fe chelatované <i>o,o</i> -EDDHA nebo <i>o,o</i> -EDDHMA	12
10.2 Fe chelatované HBED	13
11 Preciznost	13
11.1 Mezilaboratorní zkouška	13
11.2 Opakovatelnost	13
11.3 Reprodukovatelnost	13
12 Protokol o zkoušce	14

Příloha A (informativní) Výsledky mezilaboratorních zkoušek 15

A.1 Statistické výsledky mezilaboratorní zkoušky uskutečněné v roce 2003 15

A.1.1 Zkušební vzorky 15

A.1.2 Postup mezilaboratorní zkoušky 15

A.1.3 Výsledky a statistické vyhodnocení 15

A.2 Statistické výsledky mezilaboratorní zkoušky uskutečněné v roce 2010 16

A.2.1 Zkušební vzorky 16

A.2.2 Postup mezilaboratorní zkoušky 16

A.2.3 Výsledky a statistické vyhodnocení 16

Příloha B (informativní) Obecný postup pro stanovení titrační čistoty chelátotvorných činidel s využitím automatického fotometrického titrátoru 17

Příloha C (informativní) Úplné názvy chelátotvorných činidel 18

Bibliografie 19

Předmluva

Tento dokument (EN 13368-2:2012) vypracovala technická komise CEN/TC 260 *Hnojiva a materiály k vápnění půd*, jejíž sekretariát zajišťuje DIN.

Této evropské normě je nutno nejpozději do února 2013 dát 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 února 2013.

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 13368-2:2007.

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

K předchozí edici (EN 13368-2:2007) této evropské normy bylo přidáno toto:

- a. do předmětu normy a do názvu byla přidána nová látka Fe-HBED;
- b. požadavky týkající se použití různých kolon za účelem vyhnutí se překryvům píků *meso*-izomeru Fe-*o,o*-EDDHMA a Fe-HBED byly přidány do kapitoly 5 Rušivé vlivy;
- c. roztok dusičnanu železitého a roztok Fe-HBED byly přidány do kapitoly 6 Chemikálie;
- d. metoda vzorkování není součástí této normy; byl přidán informativní odkaz na EN 1482-1;
- e. tabulka 1 byla rozšířena o sloupec pro celkový chelát;
- f. byl přidán typický chromatogram komerčního vzorku Fe-HBED (obrázek 4);
- g. byla přidána rovnice (2) pro výpočet Fe-HBED;
- h. tabulka 2 byla rozšířena o údaje o preciznosti týkající se stanovení Fe-HBED;

- i. přidán článek A.2: Výsledky mezilaboratorní zkoušky provedené v roce 2010;
- j. příloha C: Úplné názvy chelátotvorných činidel byla technicky revidována;
- k. bibliografie byla revidována.

Tato evropská norma „*Hnojiva – Chromatografické stanovení chelátotvorných činidel v hnojivech*“ se sestává z těchto dvou částí:

Part 1: Stanovení EDTA, HEEDTA a DTPA iontovou chromatografií

Part 2: Stanovení železa chelatovaného o,o-EDDHA, o,o-EDDHMA a HBED 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, Španělska, Švédsko, Švýcarsko a Turecko.

1 Předmět normy

Tato evropská norma specifikuje metodu chromatografického stanovení železa chelatovaného každým individuálním *orto*(hydroxy)-*orto*(hydroxy) izomerem chelátotvorného činidla *o,o*-EDDHA, *o,o*-EDDHMA a HBED v hnojivech obsahujících jednu nebo více těchto látek, kromě směsí *o,o*-EDDHMA a HBED. Tato metoda umožňuje identifikaci a stanovení celkové koncentrace vodorozpustného železa chelatovaného těmito chelátotvornými činidly. Nestanovuje volné formy chelátotvorných činidel.

Tato metoda je použitelná pro hnojiva ES uvedených v nařízení (ES) č. 2003/2003 [4]. Je použitelná pro hmotnostní podíl chelatovaného kovu alespoň 0,625 %.

POZNÁMKA 1 Látky EDDHA (ethylendiamin-N,N'-bis[(2-hydroxyfenyl)octová kyselina]) a EDDHMA (ethylendiamin-N,N'-bis[(2-hydroxy-methylfenyl)octová kyselina]) existují v několika různých izomerních formách. Jsou známy poziční izomery pro hydroxylové či metylové 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 metylové skupiny EDDHMA vykazují dosti podobnou stabilitu, mohou být spojeny: ve zde popsané metodě jsou *para*, *meta* a *orto* poziční izomery metylové skupiny *o,o*-EDDHMA posuzovány společně. HBED (N,N'-di(2-hydroxybenzyl)ethylendiamin-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.