

**DIN EN 15749**

ICS 65.080

Ersatz für  
DIN CEN/TS 15749:2008-10**Düngemittel –  
Bestimmung von Sulfat mit drei verschiedenen Verfahren;  
Deutsche Fassung EN 15749:2009**

Fertilizers –  
Determination of sulfates content using three different methods;  
German version EN 15749:2009

Engrais –  
Dosage des sulfates selon trois méthodes différentes;  
Version allemande EN 15749:2009

Gesamtumfang 24 Seiten

Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL) im DIN

## Nationales Vorwort

Dieses Dokument (EN 15749:2009) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 260 „Düngemittel und Calcium-/Magnesium-Bodenverbesserungsmittel“, dessen Sekretariat vom DIN (Deutschland) gehalten wird, im Rahmen des Mandats M/335 erarbeitet.

Das zuständige deutsche Normungsgremium ist der Arbeitsausschuss NA 057-03-02 AA „Düngemittel“ des Normenausschusses Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL) im DIN.

Für die im Inhalt zitierte Internationale Norm wird im Folgenden auf die entsprechende Deutsche Norm hingewiesen:

ISO 5725-1 siehe DIN ISO 5725-1

## Änderungen

Gegenüber DIN CEN/TS 15749:2008-10 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) eine Einleitung wurde aufgenommen, in der der Status der drei verschiedenen in diesem Dokument enthaltenen Untersuchungsverfahren erläutert wird;
- b) es wird auf die erarbeiteten Technischen Spezifikationen CEN/TS 15925, CEN/TS 15926, CEN/TS 15960 und CEN/TS 15961 hinsichtlich der Herstellung der Probenextrakte verwiesen. Im Vorgängerdokument wurde auf die entsprechenden Methoden des Anhangs IV der Verordnung (EG) 2003/2003 [3] verwiesen, die nun in die genannten Technischen Spezifikationen übernommen worden sind;
- c) das Dokument wurde den derzeit geltenden Gestaltungsregeln angepasst.

## Frühere Ausgaben

DIN CEN/TS 15749: 2008-10

## Nationaler Anhang NA (informativ)

## Literaturhinweise

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

Deutsche Fassung

## Düngemittel – Bestimmung von Sulfat mit drei verschiedenen Verfahren

Fertilizers –  
Determination of sulfates content using three different  
methods

Engrais –  
Dosage des sulfates selon trois méthodes  
différentes

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 20. September 2009 angenommen.

Die CEN-Mitglieder sind gehalten, die CEN/CENELEC-Geschäftsordnung zu erfüllen, in der die Bedingungen festgelegt sind, unter denen dieser Europäischen Norm ohne jede Änderung der Status einer nationalen Norm zu geben ist. Auf dem letzten Stand befindliche Listen dieser nationalen Normen mit ihren bibliographischen Angaben sind beim Management-Zentrum des CEN oder bei jedem CEN-Mitglied auf Anfrage erhältlich.

Diese Europäische Norm besteht in drei offiziellen Fassungen (Deutsch, Englisch, Französisch). Eine Fassung in einer anderen Sprache, die von einem CEN-Mitglied in eigener Verantwortung durch Übersetzung in seine Landessprache gemacht und dem Management-Zentrum mitgeteilt worden ist, hat den gleichen Status wie die offiziellen Fassungen.

CEN-Mitglieder sind die nationalen Normungsinstitute von Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, den Niederlanden, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, der Schweiz, der Slowakei, Slowenien, Spanien, der Tschechischen Republik, Ungarn, dem Vereinigten Königreich und Zypern.



EUROPÄISCHES KOMITEE FÜR NORMUNG  
EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION  
COMITÉ EUROPÉEN DE NORMALISATION

Management-Zentrum: Avenue Marnix 17, B-1000 Brüssel

## Inhalt

|                                                                             | Seite     |
|-----------------------------------------------------------------------------|-----------|
| <b>Vorwort .....</b>                                                        | <b>3</b>  |
| <b>Einleitung.....</b>                                                      | <b>4</b>  |
| <b>1 Anwendungsbereich .....</b>                                            | <b>5</b>  |
| <b>2 Normative Verweisungen.....</b>                                        | <b>5</b>  |
| <b>3 Begriffe .....</b>                                                     | <b>5</b>  |
| <b>4 Kurzbeschreibung .....</b>                                             | <b>5</b>  |
| <b>5 Probenahme und Probenvorbereitung.....</b>                             | <b>6</b>  |
| <b>6 Verfahren A – Gravimetrisches Verfahren .....</b>                      | <b>6</b>  |
| <b>7 Verfahren B – ICP-OES-Verfahren.....</b>                               | <b>7</b>  |
| <b>8 Verfahren C – IC-Verfahren.....</b>                                    | <b>11</b> |
| <b>9 Präzision der Verfahren A, B und C .....</b>                           | <b>17</b> |
| <b>10 Untersuchungsbericht .....</b>                                        | <b>18</b> |
| <b>Anhang A (informativ) Statistische Ergebnisse der Ringversuche .....</b> | <b>19</b> |
| <b>Literaturhinweise .....</b>                                              | <b>22</b> |

## Vorwort

Dieses Dokument (EN 15749:2009) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 260 „Düngemittel und Calcium-/Magnesium-Bodenverbesserungsmittel“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom DIN gehalten wird.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis April 2010, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis April 2010 zurückgezogen werden.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Texte dieses Dokuments Patentrechte berühren können. CEN [und/oder CENELEC] sind nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

Dieses Dokument wurde unter einem Mandat erarbeitet, das die Europäische Kommission und die Europäische Freihandelszone dem CEN erteilt haben.

Dieses Dokument ersetzt CEN/TS 15749:2008.

Entsprechend der CEN/CENELEC-Geschäftsordnung sind die nationalen Normungsinstitute der folgenden Länder gehalten, diese Europäische Norm zu übernehmen: Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, Niederlande, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, Schweiz, Slowakei, Slowenien, Spanien, Tschechische Republik, Ungarn, Vereinigtes Königreich und Zypern.

## **Einleitung**

Dieses Dokument legt drei verschiedene Verfahren zur Bestimmung von Schwefel fest. Basierend auf den statistischen Ergebnissen der Ringversuche, die unter Verwendung der gleichen Proben erhalten wurden, werden mit den drei Verfahren äquivalente Ergebnisse erzielt. Daher können alle drei Verfahren je nach Entscheidung des Anwenders und in Abhängigkeit von der Verfügbarkeit der jeweiligen Ausrüstung angewendet werden.

## 1 Anwendungsbereich

Diese Europäische Norm legt drei verschiedene Verfahren (Verfahren A, B und C) für die Bestimmung des in Düngemittlextrakten vorliegenden Schwefels in Form von Sulfaten fest. Als Verfahren A ist das gravimetrische Verfahren festgelegt. Als Verfahren B ist die Bestimmung mittels optischer Emissionsspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-OES) festgelegt. Als Verfahren C ist die Vorgehensweise mittels Ionenchromatographie (IC) festgelegt.

## 2 Normative Verweisungen

Die folgenden zitierten Dokumente sind für die Anwendung dieses Dokuments erforderlich. 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 12944-1:1999, *Düngemittel und Calcium-/Magnesium-Bodenverbesserungsmittel — Wörterbuch — Teil 1: Allgemeine Begriffe*

EN 12944-2:1999, *Düngemittel und Calcium-/Magnesium-Bodenverbesserungsmittel — Wörterbuch — Teil 2: Begriffe für Düngemittel*

CEN/TS 15925, *Düngemittel — Extraktion von Gesamtschwefel, der in verschiedener Form vorliegen kann*

CEN/TS 15926, *Düngemittel — Extraktion von wasserlöslichem Schwefel, der in verschiedener Form vorliegen kann*

CEN/TS 15960, *Düngemittel — Extraktion von Gesamtcalcium, Gesamtmagnesium und Gesamtnatrium sowie von Gesamtschwefel in Form von Sulfat*

CEN/TS 15961, *Düngemittel — Extraktion von wasserlöslichem Calcium, Magnesium und Natrium sowie von Schwefel in Form von Sulfat*

EN ISO 3696, *Wasser für analytische Zwecke — Anforderungen und Prüfungen (ISO 3696:1987)*

## 3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die Begriffe nach EN 12944-1:1999 und EN 12944-2:1999.

## 4 Kurzbeschreibung

### 4.1 Verfahren A: Gravimetrisches Verfahren

Schwefel wird nach den in CEN/TS 15925, CEN/TS 15926, CEN/TS 15960 oder CEN/TS 15961 beschriebenen Verfahren aus der Probe extrahiert und auf gravimetrischer Grundlage als Bariumsulfat bestimmt.

### 4.2 Verfahren B: ICP-OES

Schwefel wird nach den in CEN/TS 15925, CEN/TS 15926, CEN/TS 15960 oder CEN/TS 15961 beschriebenen Verfahren aus der Probe extrahiert, und seine Konzentration im Extrakt wird unter Anwendung der optischen Emissionsspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-OES) gemessen.

### 4.3 Verfahren C: IC

Schwefel wird nach den in CEN/TS 15925, CEN/TS 15926, CEN/TS 15960 oder CEN/TS 15961 beschriebenen Verfahren in Form von Sulfat aus dem Düngemittel extrahiert. Die Sulfatkonzentration des Extrakts wird mit Hilfe eines Ionenchromatographen (IC) gemessen, der mit einem Suppressor und einem Leitfähigkeitsdetektor ausgestattet ist.

## 5 Probenahme und Probenvorbereitung

Die Probenahme ist nicht Teil der in dieser Europäischen Norm festgelegten Verfahren. Ein empfohlenes Probenahmeverfahren ist in EN 1482-1 angegeben.

Die Probenvorbereitung ist nach EN 1482-2 durchzuführen.

## 6 Verfahren A – Gravimetrisches Verfahren

### 6.1 Reagenzien

Es dürfen nur Reagenzien von anerkannter Analysenreinheit sowie destilliertes oder demineralisiertes Wasser (Qualität 3 nach EN ISO 3696) verwendet werden.

#### 6.1.1 Verdünnte Salzsäure

Ein Volumenteil  $\rho(\text{HCl}) = 1,18 \text{ g/ml}$  wird mit einem Volumenteil Wasser gemischt.

#### 6.1.2 Bariumchloridlösung, $\rho(\text{BaCl}_2 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}) = 122 \text{ g/l}$ .

#### 6.1.3 Silbernitratlösung, $\rho = 5 \text{ g/l}$ .

### 6.2 Geräte

#### 6.2.1 Porzellantiegel

#### 6.2.2 Heißwasserbad

#### 6.2.3 Trockenschrank, eingestellt auf $105 \text{ }^\circ\text{C} \pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$ .

#### 6.2.4 Elektrischer Ofen, eingestellt auf $800 \text{ }^\circ\text{C} \pm 50 \text{ }^\circ\text{C}$ .

### 6.3 Durchführung

#### 6.3.1 Probenahme aus der Lösung

Mit einer Pipette ist ein aliquoter Anteil aus einer der Extraktionslösungen zu entnehmen, der zwischen 20 mg und 100 mg Schwefel bzw. zwischen 50 mg und 250 mg  $\text{SO}_3$  enthält.

Dieser aliquote Anteil ist in einen Becher mit geeignetem Nennvolumen zu geben. Es sind 20 ml der verdünnten Salzsäure (6.1.1) hinzuzufügen. Mit Wasser ist auf etwa 300 ml aufzufüllen.

#### 6.3.2 Vorbereitung des Präzipitats

Die Lösung ist zum Sieden zu bringen. Etwa 20 ml der Bariumchloridlösung (6.1.2) sind unter kräftigem Rühren der Lösung tropfenweise zu dieser hinzuzugeben. Die Lösung ist einige Minuten sieden zu lassen.

Der mit einem Uhrglas abgedeckte Becher ist für 1 h in ein Heißwasserbad mit siedendem Wasser (6.2.2) zu geben. Anschließend ist der Becher im heißen Zustand ( $\pm 60 \text{ }^\circ\text{C}$ ) stehen zu lassen, bis die überstehende Flüssigkeit klar ist. Die klare Lösung ist durch ein langsam filtrierendes aschefreies Filter zu dekantieren. Das