

DIN EN 15749



ICS 65.080

Ersatz für
DIN EN 15749:2010-02

**Düngemittel –
Bestimmung von Sulfat mit drei verschiedenen Verfahren;
Deutsche Fassung EN 15749:2022**

Fertilizers –
Determination of sulfates content using three different methods;
German version EN 15749:2022

Engrais –
Dosage des sulfates selon trois méthodes différentes;
Version allemande EN 15749:2022

Gesamtumfang 32 Seiten

DIN-Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (EN 15749:2022) 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).

Es wird darauf hingewiesen, dass bei der Kalkanwendung als Düngemittel die deutsche Übersetzung des englischen Begriffs „liming material(s)“ „Kalkdünger“ ist. In relevanten Normen mit einem Veröffentlichungsjahr vor 2014 wurde allerdings als deutsche Übersetzung der Begriff „Calcium-/Magnesium-Bodenverbesserungsmittel“ verwendet. Daher wird dieser Begriff in dem Titel der entsprechenden Normen verwendet, auf die in diesem Dokument verwiesen wird.

Für die in diesem Dokument zitierten Dokumente wird im Folgenden auf die entsprechenden deutschen Dokumente hingewiesen:

EN ISO 3696:1995	siehe	DIN ISO 3696:1991-06*
ISO 5725-1	siehe	DIN ISO 5725-1

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 15749:2010-02 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Aktualisierung der normativen Verweisungen;
- b) Gleichung 18 wurde korrigiert;
- c) Ergänzung weiterer Daten resultierend aus Ringversuchen als Anhang B und Anhang C.

Frühere Ausgaben

DIN CEN/TS 15749: 2008-10

DIN EN 15749: 2010-02

* Die Internationale Norm ISO 3696:1987 wurde 1995 von CEN als EN ISO 3696:1995 übernommen. Davor war ISO 3696:1987 bereits als DIN ISO 3696:1991-06 in das Deutsche Normenwerk aufgenommen worden. Für EN ISO 3696:1995 erfolgte eine Anerkennungsnotiz, die Nummer DIN ISO 3696 wurde beibehalten.

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN ISO 3696:1991-06, *Wasser für analytische Zwecke; Anforderungen und Prüfungen; Identisch mit ISO 3696:1987*

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

— Leerseite —

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 3. Juli 2022 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 CEN-CENELEC-Management-Zentrum 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, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, den Niederlanden, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, der Republik Nordmazedonien, Rumänien, Schweden, der Schweiz, Serbien, der Slowakei, Slowenien, Spanien, der Tschechischen Republik, der Türkei, Ungarn, dem Vereinigten Königreich und Zypern.



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

CEN-CENELEC Management-Zentrum: Rue de la Science 23, B-1040 Brüssel

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	3
Einleitung	4
1 Anwendungsbereich	5
2 Normative Verweisungen	5
3 Begriffe	5
4 Kurzbeschreibung	5
5 Probenahme und Probenvorbereitung	6
6 Verfahren A — Gravimetrisches Verfahren	6
7 Verfahren B — ICP-OES-Verfahren	7
8 Verfahren C — IC-Verfahren	11
9 Präzision der Verfahren A, B und C	17
10 Prüfbericht	19
Anhang A (informativ) Statistische Ergebnisse der Ringversuche	20
Anhang B (informativ) Statistische Ergebnisse der Ringversuche des VDLUFA	23
Anhang C (informativ) Statistische Ergebnisse der Ringversuche des spanischen Eignungsprüfungsprogramms	26
Literaturhinweise	28

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (EN 15749:2022) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 260 „Düngemittel und Kalkdünger“ erarbeitet, dessen Sekretariat von DIN gehalten wird.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis Februar 2023, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis Februar 2023 zurückgezogen werden.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. CEN ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

Dieses Dokument ersetzt EN 15749:2009.

Im Vergleich zur vorherigen Ausgabe wurden die folgenden technischen Änderungen vorgenommen:

- Aktualisierung der normativen Verweisungen;
- Gleichung (18) wurde korrigiert;
- Ergänzung weiterer Daten resultierend aus Ringversuchen, Anhang B und Anhang C.

Rückmeldungen oder Fragen zu diesem Dokument sollten an das jeweilige nationale Normungsinstitut des Anwenders gerichtet werden. Eine vollständige Liste dieser Institute ist auf den Internetseiten von CEN abrufbar.

Entsprechend der CEN-CENELEC-Geschäftsordnung sind die nationalen Normungsinstitute der folgenden Länder gehalten, diese Europäische Norm zu übernehmen: Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, die Republik Nordmazedonien, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, Niederlande, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, Schweiz, Serbien, Slowakei, Slowenien, Spanien, Tschechische Republik, Türkei, 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 Ausstattung angewendet werden.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt drei verschiedene Verfahren (Verfahren A, B und C) für die Bestimmung des in Düngemittel-extrakten 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 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 15925, *Düngemittel — Extraktion von Gesamtschwefel, der in verschiedener Form vorliegen kann*

EN 15926, *Düngemittel — Extraktion von wasserlöslichem Schwefel, der in verschiedener Form vorliegen kann*

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

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

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

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:

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

4 Kurzbeschreibung

4.1 Verfahren A: Gravimetrisches Verfahren

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

5 Probenahme und Probenvorbereitung

Die Probenahme ist nicht Teil der in diesem Dokument festgelegten Verfahren. Ein empfohlenes Probenahmeverfahren ist in EN 1482-1 [1] angegeben.

Die Probenvorbereitung muss nach EN 1482-2 durchgeführt werden.

6 Verfahren A — Gravimetrisches Verfahren

6.1 Reagenzien

Es dürfen nur Reagenzien von anerkannter Analysequalität genutzt werden.

6.1.1 Wasser, destilliert oder demineralisiert (Qualität 3 nach EN ISO 3696:1995).

6.1.2 Verdünnte Salzsäure.

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

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

6.1.4 Silbernitratlösung, $\rho(\text{AgNO}_3) = 5 \text{ g/l}$.

6.2 Geräte

6.2.1 Porzellantiegel.

6.2.2 Heißwasserbad.

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

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

6.3 Durchführung

6.3.1 Probenahme aus der Lösung

Mit einer Pipette wird ein aliquoter Anteil aus einer der Extraktionslösungen entnommen, der zwischen 20 mg und 100 mg Schwefel bzw. zwischen 50 mg und 250 mg SO_3 enthält.

Dieser aliquote Anteil wird in einen Becher mit geeignetem Nennvolumen gegeben. 20 ml der verdünnten Salzsäure (6.1.2) werden hinzugefügt. Mit Wasser wird auf etwa 300 ml aufgefüllt.