

DIN EN 15561



ICS 65.080

Entwurf

Einsprüche bis 2022-01-05
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN 15561:2009-06

**Düngemittel –
Bestimmung des Gesamtstickstoffs in nitrathaltigem Kalkstickstoff;
Deutsche und Englische Fassung prEN 15561:2021**

Fertilizers –

Determination of total nitrogen in calcium cyanamide containing nitrates;
German and English version prEN 15561:2021

Engrais –

Détermination de l'azote total dans la cyanamide calcique nitraté;
Version allemande et anglaise prEN 15561:2021

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2021-11-05 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 29 Seiten

DIN-Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN 15561:2021) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 260 „Düngemittel und Kalkdünger“ erarbeitet, dessen Sekretariat von DIN (Deutschland) gehalten wird.

Das zuständige deutsche 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.

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.

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 15561:2009-06 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) fachliche Änderung bei der Herstellung der Lösung, d. h. Streichung des letzten Absatzes von 8.1;
- b) Streichung früherer Tabellen und Ergänzung um eine fachlich überarbeitete Tabelle (8.2).

Titel de: Düngemittel — Bestimmung des Gesamtstickstoffs in nitrathaltigem Kalkstickstoff

Titel en: Fertilizers — Determination of total nitrogen in calcium cyanamide containing nitrates

Titel fr: Engrais — Détermination de l'azote total dans la cyanamide calcique nitratée

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort.....	3
1 Anwendungsbereich.....	4
2 Normative Verweisungen	4
3 Begriffe	4
4 Kurzbeschreibung.....	4
5 Reagenzien	4
6 Geräte und Ausrüstung.....	6
7 Probenahme und Probenvorbereitung.....	11
8 Durchführung	11
8.1 Herstellung der Lösung	11
8.2 Analyse der Lösung.....	11
8.3 Blindversuch.....	12
8.4 Kontrollbestimmung.....	12
9 Berechnung und Auswertung des Ergebnisses.....	12
10 Untersuchungsbericht	13
Literaturhinweise	14

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN 15561:2021) 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.

Dieses Dokument wird EN 15561:2009 ersetzen.

Gegenüber der Vorgängerversion wurden folgende fachliche Änderungen vorgenommen:

- fachliche Änderung bei der Herstellung der Lösung, d. h. Streichung des letzten Absatzes von 8.1;
- Streichung früherer Tabellen und Ergänzung um eine fachlich überarbeitete Tabelle (8.2).

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt ein Verfahren zur Bestimmung von Gesamtstickstoff in Kalkstickstoff (Calciumcyanamid) fest.

Das Verfahren ist auf Nitrate enthaltenden Kalkstickstoff anwendbar.

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*

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

Reduktion von Nitratstickstoff mit metallischem Eisen und Zinnchloridlösung zu Ammoniak. Aufschluss in Schwefelsäure. Destillation des Ammoniaks aus der alkalischen Lösung, Aufnahme in einem Überschuss von Schwefelsäure-Standardlösung und Rücktitration mit Natriumhydroxid- oder Kaliumhydroxid-Standardlösung.

5 Reagenzien

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

5.1 Schwefelsäure, Massenkonzentration $\rho = 1,84$ g/ml.

5.2 Eisenpulver, reduziert in einer Wasserstoffatmosphäre.

5.3 Kaliumsulfat, analysenrein, fein pulverisiert.

5.4 Schwefelsäure (für Variante a), Stoffmengenkonzentration $c = 0,05$ mol/l.

5.5 Natrium- oder Kaliumhydroxid-Standardlösung (für Variante a), carbonatfrei, $c = 0,1$ mol/l.

5.6 Schwefelsäure (für Variante b), $c = 0,1 \text{ mol/l}$.

5.7 Natrium- oder Kaliumhydroxid-Standardlösung (für Variante b), carbonatfrei, $c = 0,2 \text{ mol/l}$.

5.8 Schwefelsäure (für Variante c), $c = 0,25 \text{ mol/l}$.

5.9 Natrium- oder Kaliumhydroxid-Standardlösung (für Variante c), carbonatfrei, $c = 0,5 \text{ mol/l}$.

5.10 Indikatorlösungen

5.10.1 Mischindikator

Lösung A: 1 g Methylrot wird in 37 ml Natriumhydroxidlösung, $c = 0,1 \text{ mol/l}$ (5.6), gelöst und mit Wasser auf 1 l aufgefüllt.

Lösung B: 1 g Methylenblau wird in Wasser gelöst und auf 1 l aufgefüllt.

Ein Volumenteil der Lösung A wird mit zwei Volumenteilen der Lösung B gemischt.

Dieser Indikator ist in saurer Lösung violett, in neutraler Lösung grau und in alkalischer Lösung grün. Von dieser Indikatorlösung sind 0,5 ml (10 Tropfen) zu verwenden.

5.10.2 Methylrot-Indikatorlösung

0,1 g Methylrot wird in 50 ml 95%igem Ethanol gelöst. Mit Wasser wird auf 100 ml aufgefüllt und, falls erforderlich, filtriert. Dieser Indikator (4 bis 5 Tropfen) darf anstelle des Mischindikators nach 5.10.1 verwendet werden.

5.11 Zinnchloridlösung

120 g $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ werden in 400 ml konzentrierter Salzsäure (Dichte bei 20°C $\rho_{20} = 1,18 \text{ g/ml}$) gelöst und mit Wasser auf 1 l aufgefüllt. Diese Lösung muss absolut klar sein und ist unmittelbar vor Gebrauch herzustellen.

Wichtig ist, das Reduktionsvermögen der Zinnchloridlösung wie folgt zu überprüfen. 0,5 g $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ werden in 2 ml konzentrierter Salzsäure ($\rho_{20} = 1,18 \text{ g/ml}$) gelöst und mit Wasser auf 50 ml aufgefüllt. Dann werden zur Lösung 5 g Rochellesalz (Kaliumnatriumtartrat) und eine ausreichende Menge an Natriumhydrogencarbonat hinzugefügt, bis diese eine gegen Lackmuspapier alkalische Reaktion zeigt.

Sie wird mit Iodlösung (I_2), $c = 0,05 \text{ mol/l}$ in Gegenwart von Stärkelösung als Indikator titriert.

1 ml Iodlösung (I_2), $c = 0,05 \text{ mol/l}$, entspricht 0,011 28 g $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$.

Mindestens 80 % des vorhandenen Gesamtzinns in der so hergestellten Lösung müssen als zweiwertiges Zinn vorliegen. Für die Titration müssen mindestens 35 ml Iodlösung (I_2), $c = 0,1 \text{ mol/l}$, verbraucht werden.

5.12 Natriumhydroxidlösung, mit einem Gehalt an NaOH ($\rho = 1,33 \text{ g/ml}$) von etwa 30 %, ammoniakfrei.

5.13 Nitrat-Ammonium-Standardlösung

2,5 g Kaliumnitrat und 10,16 g Ammoniumsulfat werden eingewogen und in einen 250-ml-Messkolben (6.4) eingebracht. Diese Menge wird in Wasser gelöst und auf 250 ml aufgefüllt. Ein ml dieser Lösung enthält 0,01 g Stickstoff.

5.14 Bimssteingranulat als Siedehilfe, in Salzsäure gewaschen und gegläht.

6 Geräte und Ausrüstung

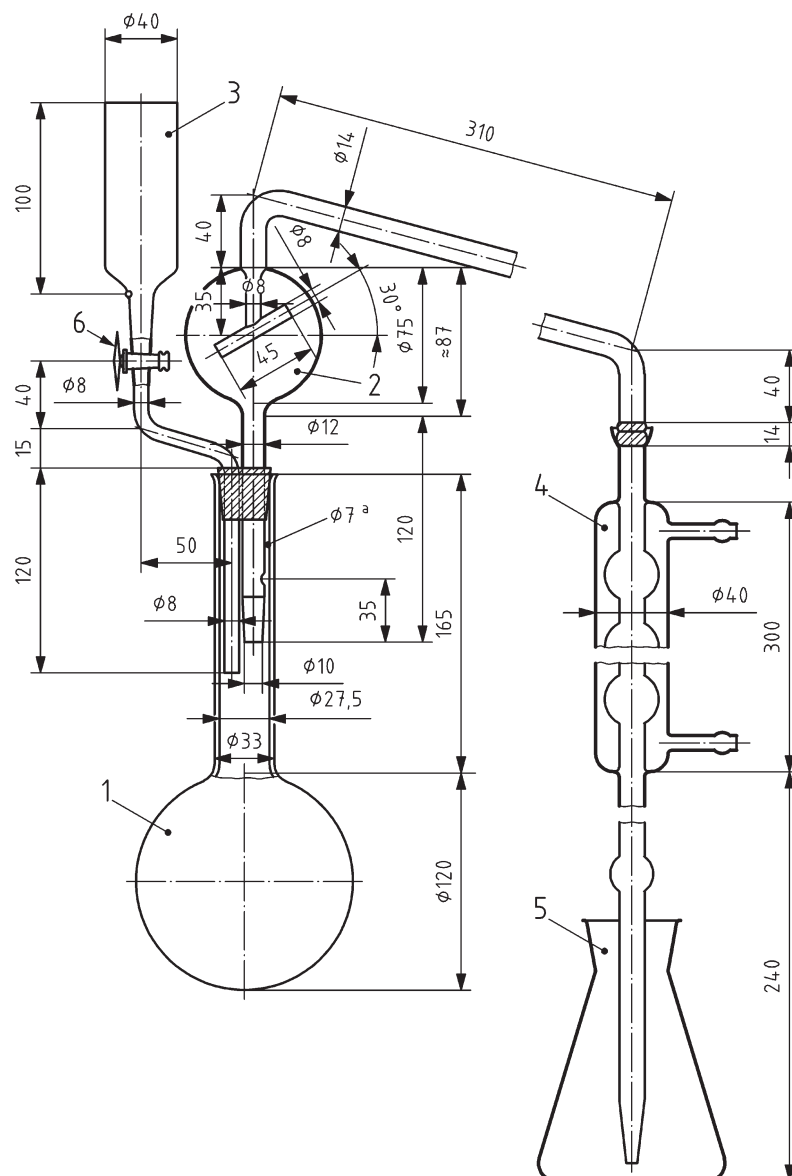
Übliche Laborgeräte aus Glas und Laborausrüstungen, und insbesondere die Folgenden.

6.1 Destillationsapparatur, bestehend aus einem Rundkolben von ausreichendem Nennvolumen, der mit Hilfe eines Spritzschutzes (Tropfenfänger) mit einem Kühler verbunden ist. Die Ausrüstung ist aus Borosilikatglas gefertigt.

ANMERKUNG Die unterschiedlichen Typen der Ausrüstung, die für diese Bestimmung empfohlen werden, sind in Bild 1, Bild 2, Bild 3 und Bild 4 dargestellt, wobei alle konstruktiven Einzelheiten gezeigt sind.

Eine automatische Destillationsapparatur darf ebenfalls verwendet werden, vorausgesetzt, die Ergebnisse sind statistisch gleichwertig.

Maße in Millimeter



Legende

- 1 Langhals-Rundkolben, 1 000 ml Nennvolumen
- 2 Destillationsrohr mit Spritzschutz, verbunden mit dem Kühler durch eine Kugelschliffverbin-
dung (Nr. 18) (die Kugelschliffverbindung für die Verbindung zum Kühler darf durch eine
entsprechende Gummischlauchverbindung ersetzt werden)
- 3 Tropftrichter mit einem Hahn aus Polytetrafluorethylen (PTFE) (6) für die Zugabe von Natriumhydroxid
(der Hahn darf ebenso gut durch einen Gummischlauch mit Klemme ersetzt werden)
- 4 Kugelhühler mit sechs Kugeln und am Kühler Eintritt mit einer Kugelschliffverbindung (Nr. 18)
ausgestattet und am Kühler Austritt über einen kleinen Gummischlauch mit einem Verlängerungsrohr
aus Glas verbunden (falls die Verbindung zum Destillationsrohr mit einem Gummischlauch erfolgt, darf
die Kugelschliffverbindung durch einen geeigneten Gummistopfen ersetzt werden)
- 5 500-ml-Kolben, in dem das Destillat gesammelt wird
- 6 PTFE-Hahn
- a Bohrung.

Bild 1 — Destillationsapparatur 1