

DIN EN 18103



ICS 65.080

Einsprüche bis 2024-08-14

Entwurf**Anorganische Düngemittel –
Bestimmung von Nährstoff-Polymer-Stickstoff in Anwesenheit anderer
stickstoffhaltiger Formen;
Deutsche und Englische Fassung prEN 18103:2024**

Inorganic fertilizers –
Determination of nutrient polymers nitrogen in the presence of other nitrogenous forms;
German and English version prEN 18103:2024

Engrais inorganiques –
Détermination des polymères nutritifs de l'azote en présence d'autres formes azotées;
Version allemande et anglaise prEN 18103:2024

Anwendungswarnvermerk

Dieser Entwurf mit Erscheinungsdatum 2024-06-14 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.

Weil das beabsichtigte Dokument 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.

Es wird gebeten, mit den Kommentaren zu diesem Entwurf jegliche relevanten Patentrechte, die bekannt sind, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

Gesamtumfang 30 Seiten

DIN-Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL)

Nationales Vorwort

Das Dokument prEN 18103:2024 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).

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.

Juni 2024

prEN 18103

**Anorganische Düngemittel – Bestimmung von Nährstoff-Polymer-Stickstoff in
Anwesenheit anderer stickstoffhaltiger Formen**

Inorganic fertilizers – Determination of nutrient polymers nitrogen in the presence of other nitrogenous forms

Engrais inorganiques – Détermination des polymères nutritifs de l'azote en présence d'autres formes azotées

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	3
1 Anwendungsbereich	4
2 Normative Verweisungen	4
3 Begriffe	4
4 Kurzbeschreibung	4
4.1 Allgemeines	4
4.2 Gesamtstickstoff	5
4.2.1 Gesamtstickstoff in Anwesenheit von Nitratstickstoff	5
4.2.2 Gesamtstickstoff in Abwesenheit von Nitratstickstoff	5
4.3 Nitratstickstoff	5
4.4 Ammoniumstickstoff	5
4.5 Harnstoffstickstoff	5
4.6 Cyanamidstickstoff	5
4.7 Isobutylidendiarnstoff(IBDU)-Stickstoff	5
4.8 Crotonylidendiarnstoff(CDU)-Stickstoff	5
4.9 Methylenharnstoff-Stickstoff	5
5 Probenahme und Probenvorbereitung	5
5.1 Probenahme	5
5.2 Probenvorbereitung	6
6 Durchführung	6
6.1 Teil A: Bestimmung von Gesamt-, Nitrat-, Ammonium- und Cyanamidstickstoff	6
6.1.1 Reagenzien	6
6.1.2 Geräte und Ausrüstung	7
6.1.3 Gesamtstickstoff	7
6.1.4 Nitratstickstoff	7
6.1.5 Ammoniumstickstoff	7
6.1.6 Cyanamidstickstoff	8
6.1.7 Aufschluss der Untersuchungslösung	8
6.1.8 Destillation der Untersuchungslösung	8
6.1.9 Titration	9
6.1.10 Blindversuch	9
6.1.11 Angabe des Ergebnisses	9
6.2 Teil B: Bestimmung von Harnstoff-, IBDU- und CDU-Stickstoff	10
6.2.1 Bestimmung von Harnstoff	10
6.2.2 Bestimmung von IBDU	10
6.2.3 Bestimmung von CDU	11
6.3 Teil C: Bestimmung von Methylenharnstoff-Stickstoff	11
7 Untersuchungsbericht	11
Anhang A (informativ) Zinnchloridlösung	12
Anhang B (informativ) Übersicht über die Unterabschnitte zur Bestimmung der verschiedenen Stickstoffformen	13
Literaturhinweise	14

Tabellen

Tabelle B.1 — Bestimmung der im Düngemittel enthaltenen Stickstoffformen	13
--	----

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN 18103:2024) 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.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt ein Verfahren zur Bestimmung von Nährstoff-Polymer-Stickstoff in Anwesenheit anderer stickstoffhaltiger Formen in anorganischen Düngemitteln fest.

Das Verfahren gilt für alle Düngemittel, die keine störenden organischen Verbindungen enthalten.

ANMERKUNG Zu den Nährstoffpolymeren gehören Methylenharnstoff (MU), in flüssiger und fester Form, Isobutyлідendiharnstoff (IBDU) und Crotonylidendiharnstoff (CDU).

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 1482-1, *Düngemittel und Calcium-/Magnesium-Bodenverbesserungsmittel — Probenahme und Probenvorbereitung — Teil 1: Probenahme*

EN 1482-2, *Düngemittel und Calcium-/Magnesium-Bodenverbesserungsmittel — Probenahme und Probenvorbereitung — Teil 2: Probenvorbereitung*

EN 1482-3, *Düngemittel und Kalkdünger — Probenahme und Probenvorbereitung — Teil 3: Probenahme aus statischen Haufwerken*

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 15562, *Anorganische Düngemittel — Bestimmung des Cyanamidstickstoffs*

EN 17864, *Anorganische Düngemittel — Bestimmung des Stickstoffgehalts in IBDU (Isobutyлідendiharnstoff) und CDU (Crotonylidendiharnstoff)*

ISO 19746:2017, *Determination of urea content in urea-based fertilizers by high performance liquid chromatography (HPLC)*

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:

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

4 Kurzbeschreibung

4.1 Allgemeines

In Abhängigkeit von dem zu bestimmenden Parameter wird mit der Untersuchungsprobe auf unterschiedliche Weise verfahren.

4.2 Gesamtstickstoff

4.2.1 Gesamtstickstoff in Anwesenheit von Nitratstickstoff

Die Untersuchungsprobe wird mittels Kjeldahl-Aufschluss mineralisiert, nachdem der Nitratstickstoff unter Einsatz von metallischem Eisen und Zinnchlorid zu Ammoniumstickstoff reduziert wurde. Das resultierende Ammonium wird mithilfe eines titrimetrischen Verfahrens bestimmt.

4.2.2 Gesamtstickstoff in Abwesenheit von Nitratstickstoff

Die Untersuchungsprobe wird mittels Kjeldahl-Aufschluss mineralisiert. Das resultierende Ammonium wird mithilfe eines titrimetrischen Verfahrens bestimmt.

4.3 Nitratstickstoff

Durch Berechnung der Differenz zwischen dem Stickstoff, der mittels Kjeldahl-Aufschluss nach Reduktion des Nitratstickstoffs zu Ammonium unter Einsatz von metallischem Eisen und Zinnchlorid bestimmt wurde, und dem Stickstoff, der mittels Kjeldahl-Aufschluss nach Eliminierung von Nitratstickstoff in einem sauren Medium unter Einsatz von Eisensulfat bestimmt wurde.

In beiden Fällen wird das resultierende Ammonium mithilfe eines titrimetrischen Verfahrens bestimmt.

4.4 Ammoniumstickstoff

Der Ammoniumstickstoff wird mittels Dampfdestillation bestimmt, nachdem die Lösung leicht alkalisch gemacht wurde. Das resultierende Ammonium wird mithilfe eines titrimetrischen Verfahrens bestimmt.

4.5 Harnstoffstickstoff

Der Harnstoffstickstoff wird mittels Hochleistungs-Flüssigchromatographie (HPLC, en: high-performance liquid chromatography) bestimmt.

4.6 Cyanamidstickstoff

Der Cyanamidstickstoff wird mittels Ausfällung als Silberverbindung bestimmt; dabei wird der Stickstoff im Niederschlag mithilfe des Kjeldahl-Verfahrens bestimmt.

4.7 Isobutylidendiarnstoff(IBDU)-Stickstoff

Der IBDU-Stickstoff wird mittels HPLC bestimmt.

4.8 Crotonylidendiarnstoff(CDU)-Stickstoff

Der CDU-Stickstoff wird mittels HPLC bestimmt.

4.9 Methylenharnstoff-Stickstoff

Der Methylenharnstoff-Stickstoff wird mittels Berechnung bestimmt, wobei die Summe aller anderen Stickstoffformen vom Gesamtstickstoff abgezogen wird.

5 Probenahme und Probenvorbereitung

5.1 Probenahme

Proben für die Qualitätskontrolle müssen repräsentativ sein, wie in EN 1482-1 beschrieben. Die Probenahme aus statischen Haufwerken muss in Übereinstimmung mit EN 1482-3 erfolgen.

5.2 Probenvorbereitung

Die Probenvorbereitung für die Qualitätskontrolle muss in Übereinstimmung mit EN 1482-2 erfolgen.

6 Durchführung

6.1 Teil A: Bestimmung von Gesamt-, Nitrat-, Ammonium- und Cyanamidstickstoff

6.1.1 Reagenzien

Nur Reagenzien von anerkannter Analysenreinheit und destilliertes oder entmineralisiertes Wasser verwenden. Die elektrische Leitfähigkeit muss mindestens $< 0,5 \text{ mS/m}$ (bei 25°C) betragen.

6.1.1.1 Schwefelsäure, Dichte bei 20°C , $\rho_{20} = 1,84 \text{ g/ml}$.

6.1.1.2 Essigsäure, 96 % bis 100 %.

6.1.1.3 Eisenpulver, mit Wasserstoff reduziert.

6.1.1.4 Zinnchloridlösungen.

25 g $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ in 100 ml konzentrierter Salzsäure (6.1.1.13) lösen und mit Wasser auf 200 ml auffüllen. Die Lösung muss vor der Verwendung hergestellt und nach der Verwendung ordnungsgemäß entsorgt werden.

Zur Überprüfung des Reduktionsvermögens von Zinnchlorid Anhang A heranziehen.

6.1.1.5 Eisensulfat, kristallin, $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$.

6.1.1.6 Aufschlusskatalysator-Gemisch.

1 000 g Kaliumsulfat (K_2SO_4) und 10 g Kupfer(II)-sulfat-Pentahydrat ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) fein vermahlen. Es dürfen handelsübliche Kjeldahl-Tabletten verwendet werden.

6.1.1.7 Natriumhydroxidlösung, wässrige Lösung mit einem Massenanteil von ungefähr 30 %, ammoniumfrei.

6.1.1.8 Salzsäure-Standardlösung, Stoffmengenkonzentration $c = 0,1 \text{ mol/l}$.

6.1.1.9 Natriumhydroxid-Standardlösung, $c = 0,1 \text{ mol/l}$, carbonatfrei.

6.1.1.10 Mischindikator.

50 ml einer ethanolischen 2-g/l-Methylrotlösung mit 50 ml einer ethanolischen 1-g/l-Methylenblaulösung mischen. Die Farbe dieses Indikators wechselt von violett in einem sauren Medium über grau bei einem pH-Wert von 5,4 zu grün in einem alkalischen Medium.

Es dürfen handelsübliche Mischindikatoren für Ammoniumstickstoff verwendet werden.

6.1.1.11 Methylrot-Indikatorlösung.

0,1 g Methylrot in 50 ml 95%igem Ethanol lösen. Mit Wasser auf 100 ml auffüllen und, falls notwendig, filtrieren.

6.1.1.12 Magnesiumoxid.

6.1.1.13 Salzsäure, konzentriert ($\rho_{20} = 1,18 \text{ g/ml}$)

6.1.2 Geräte und Ausrüstung

Übliche Laborgeräte und insbesondere die folgenden.

6.1.2.1 Aufschlussblock, ausgestattet mit Aufschlussröhrchen und einer Absaugeinrichtung für ätzende Dämpfe.

Das Aufschlussystem muss unter einer Abzugshaube aufgestellt werden.

6.1.2.2 Dampfdestillationssystem, geeignet für die Destillation von 300 ml bis 350 ml in 5 min bis 6 min, ausgestattet mit einer Vorrichtung zum Absperren der Zufuhr der 30%igen Natriumhydroxidlösung.

6.1.3 Gesamtstickstoff

6.1.3.1 Gesamtstickstoff in Anwesenheit von Nitratstickstoff

Eine (auf 0,1 mg gerundete) Menge der Untersuchungsprobe, die höchstens 40 mg Gesamtstickstoff enthält, einwiegen.

Die Untersuchungsprobe in ein Aufschlussröhrchen überführen.

0,5 g reduziertes Eisen (6.1.1.3) und 50 ml Zinnchloridlösung (6.1.1.4) hinzufügen.

Den Kolben schütteln und ungefähr 1 h lang stehen lassen, dabei alle 10 min mit der Hand schütteln.

Mit dem Aufschluss nach der Beschreibung in 6.1.7 und der Destillation (Schritt A) nach der Beschreibung in 6.1.8 fortfahren.

6.1.3.2 Gesamtstickstoff in Abwesenheit von Nitratstickstoff

Eine (auf 0,1 mg gerundete) Menge der Untersuchungsprobe, die höchstens 40 mg Gesamtstickstoff enthält, einwiegen.

Die Untersuchungsprobe in ein Aufschlussröhrchen überführen.

Mit dem Aufschluss nach der Beschreibung in 6.1.7 und der Destillation (Schritt A) nach der Beschreibung in 6.1.8 fortfahren.

6.1.4 Nitratstickstoff

Eine (auf 0,1 mg gerundete) Menge der Untersuchungsprobe, die höchstens 40 mg Gesamtstickstoff enthält, einwiegen.

Die Untersuchungsprobe in einem Aufschlussröhrchen mit 50 ml Wasser mischen.

5 g Eisensulfat (6.1.1.5) und 5 ml Schwefelsäure (6.1.1.1) hinzufügen.

Mit dem Aufschluss nach der Beschreibung in 6.1.7 und der Destillation (Schritt A) nach der Beschreibung in 6.1.8 fortfahren.

Die Konzentration von Nitratstickstoff wird ermittelt durch Abziehen des nach 6.1.4 bestimmten Stickstoffgehalts von dem nach 6.1.3.1 bestimmten Stickstoffgehalt (siehe Anhang B).

6.1.5 Ammoniumstickstoff

Eine (auf 0,1 mg gerundete) Menge der Untersuchungsprobe, die höchstens 40 mg Ammoniumstickstoff enthält, einwiegen. Die Untersuchungsprobe in einem Destillationsröhrchen mit Wasser mischen.