

DIN EN ISO 15959



ICS 65.080

Entwurf

Einsprüche bis 2019-06-26
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN 15959:2012-02

**Düngemittel –
Bestimmung von Phosphor in den Extrakten (ISO 15959:2016);
Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 15959:2019**

Fertilizers –
Determination of extracted phosphorus (ISO 15959:2016);
German and English version prEN ISO 15959:2019

Engrais –
Dosage du phosphore extrait (ISO 15959:2016);
Version allemande et anglaise prEN ISO 15959:2019

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2019-04-26 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, Saatwinkler Damm 42/43, 13627 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 27 Seiten

DIN-Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 15959:2019) enthält unverändert die Internationale Norm ISO 15959:2016, die vom Technischen Komitee ISO/TC 134 „Fertilizers, soil conditioners and beneficial substances“ (Sekretariat: ISIRI, Iran, Islamic Republic of) erarbeitet und aufgrund des Beschlusses des CEN/TC 260 „Düngemittel und Kalkdünger“ (Sekretariat: DIN, Deutschland) zur Übernahme als Europäische Norm EN ISO 15959 vorgeschlagen wird.

ISO 15959:2016 wurde als EN 15959:2011 von CEN/TC 260 im Rahmen des Mandats M/335 erarbeitet und ohne Änderungen außer den im Vorwort genannten vom Technischen Komitee ISO/TC 134 „Fertilizers, soil conditioners and beneficial substances“ angenommen.

Das zuständige nationale Normungsgremium ist der Arbeitsausschuss NA 057-03-02 AA „Düngemittel“ des DIN-Normenausschusses 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.

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

ISO 5725-2 siehe DIN ISO 5725-2

Änderungen

Gegenüber DIN EN 15959:2012-02 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Kaliumdihydrogenphosphat wurde zu den Reagenzien (Abschnitt 6) hinzugefügt;
- b) die CEN/TS 15956, CEN/TS 15957 und CEN/TS 15958 wurden als EN-Standards aktualisiert;
- c) weitere redaktionelle Änderungen.

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN ISO 5725-2, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen — Teil 2: Grundlegende Methode für die Ermittlung der Wiederhol- und Vergleichspräzision eines vereinheitlichten Messverfahrens*

Düngemittel — Bestimmung von Phosphor in den Extrakten (ISO 15959:2016)

Engrais — Dosage du phosphore extrait (ISO 15959:2016)

Fertilizers — Determination of extracted phosphorus (ISO 15959:2016)

ICS:

Deskriptoren

Dokument-Typ: Europäische Norm
Dokument-Untertyp:
Dokument-Stage: CEN-Umfrage
Dokument-Sprache: D

STD Version 2.9p

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort.....	3
Vorwort.....	4
1 Anwendungsbereich.....	5
2 Normative Verweisungen	5
3 Begriffe	5
4 Kurzbeschreibung.....	5
5 Probenahme und Probenvorbereitung.....	5
6 Reagenzien	5
7 Geräte.....	6
8 Durchführung	7
8.1 Behandlung der Lösung	7
8.2 Hydrolyse.....	7
8.3 Wägen des Glasfiltertiegels.....	7
8.4 Fällung	7
8.5 Filtration und Waschen.....	8
8.6 Trocknung und Wägung.....	8
8.7 Blindversuch.....	8
8.8 Kontrollanalyse	8
9 Berechnung und Angabe der Ergebnisse.....	8
10 Präzision	9
10.1 Ringversuche	9
10.2 Wiederholpräzision.....	9
10.3 Vergleichpräzision.....	9
11 Prüfbericht	10
Anhang A (informativ) Statistische Ergebnisse des Ringversuchs	11
Literaturhinweise	13

Europäisches Vorwort

Der Text von ISO 15959:2016 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 134 „Fertilizers, soil conditioners and beneficial substances“ der Internationalen Organisation für Normung (ISO) erarbeitet und als prEN ISO 15959:2019 durch das Technische Komitee CEN/TC 260 „Düngemittel und Kalkdünger“ übernommen, dessen Sekretariat von DIN gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur CEN-Umfrage vorgelegt.

Dieses Dokument wird EN 15959:2011 ersetzen.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO 15959:2016 wurde von CEN als prEN ISO 15959:2019 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung von Nationalen Normungsorganisationen (ISO-Mitgliedsorganisationen). Die Erstellung von Internationalen Normen wird normalerweise von ISO Technischen Komitees durchgeführt. Jede Mitgliedsorganisation, die Interesse an einem Thema hat, für welches ein Technisches Komitee gegründet wurde, hat das Recht, in diesem Komitee vertreten zu sein. Internationale Organisationen, staatlich und nicht-staatlich, in Liaison mit ISO, nehmen ebenfalls an der Arbeit teil. ISO arbeitet eng mit der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) bei allen elektrotechnischen Themen zusammen.

Die Verfahren, die bei der Entwicklung dieses Dokuments angewendet wurden und die für die weitere Pflege vorgesehen sind, werden in den ISO/IEC-Direktiven, Teil 1 beschrieben. Im Besonderen sollten die für die verschiedenen ISO-Dokumentenarten notwendigen Annahmekriterien beachtet werden. Dieses Dokument wurde in Übereinstimmung mit den Gestaltungsregeln der ISO/IEC-Direktiven, Teil 2 erarbeitet (siehe www.iso.org/directives).

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. ISO ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren. Details zu allen während der Entwicklung des Dokuments identifizierten Patentrechten finden sich in der Einleitung und/oder in der ISO-Liste der empfangenen Patenterklärungen (siehe www.iso.org/patents).

Jeder in diesem Dokument verwendete Handelsname wird als Information zum Nutzen der Anwender angegeben und stellt keine Anerkennung dar.

Eine Erläuterung der Bedeutung ISO-spezifischer Benennungen und Ausdrücke, die sich auf Konformitätsbewertung beziehen, sowie Informationen über die Beachtung der Grundsätze der Welthandelsorganisation (WTO) zu technischen Handelshemmnissen (TBT, en: Technical Barriers to Trade) durch ISO enthält der folgende Link: www.iso.org/iso/foreword.html.

ISO 15959 wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 260, *Düngemittel und Kalkdünger* (als EN 15959:2011) erarbeitet und vom Technischen Komitee ISO/TC 134, *Fertilizers, soil conditioners and beneficial substances* angenommen.

Die folgenden Änderungen wurden durchgeführt.

- Kaliumdihydrogenphosphat wurde zu den Reagenzien (Abschnitt 6) hinzugefügt;
- die CEN/TS 15956, CEN/TS 15957 und CEN/TS 15958 wurden als EN-Standards aktualisiert;
- weitere redaktionelle Änderungen.

1 Anwendungsbereich

Diese Internationale Norm legt ein Verfahren zur Bestimmung von Phosphor in Düngemittelextrakten fest.

Das Verfahren ist auf alle Düngemittelextrakte anwendbar, die zur Bestimmung von Phosphor in seinen verschiedenen Formen dienen, wie z. B. in Mineralsäuren löslicher Phosphor, wasserlöslicher Phosphor, Phosphor löslich in Ammoniumcitrat-Lösungen verschiedener Konzentration, Phosphor löslich in 2%iger Citronensäure und Phosphor löslich in 2%iger Ameisensäure.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente, die in diesem Dokument teilweise oder als Ganzes zitiert werden, 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).

ISO 14820-2, *Fertilizers and liming materials — Sampling and sample preparation — Part 2: Sample preparation*

EN 12944-1, *Düngemittel und Kalkdünger — Vokabular — Teil 1: Allgemeine Begriffe*

EN 12944-2, *Düngemittel und Kalkdünger — Vokabular — Teil 2: Begriffe für Düngemittel*

3 Begriffe

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

4 Kurzbeschreibung

Nach eventueller Hydrolyse wird Phosphor in einem sauren Medium als Chinolinmolybdatophosphat gefällt.

Nach Filtration und Waschen wird der Niederschlag bei 250 °C getrocknet und gewogen.

Unter den vorstehend angegebenen Bedingungen tritt keine Störung durch eventuell in der Lösung vorhandene Verbindungen (Mineralsäuren und organische Säuren, Ammoniumionen, lösliche Silikate usw.) auf, wenn mit einem auf Natriummolybdat oder Ammoniummolybdat basierenden Reagenz gefällt wird.

5 Probenahme und Probenvorbereitung

Die Probenahme ist kein Bestandteil des in der vorliegenden Internationalen Norm festgelegten Verfahrens. Ein empfohlenes Probenahmeverfahren ist in ISO 14820-1 angeführt.

Die Probenvorbereitung muss nach ISO 14820-2 durchgeführt werden. Aus Gründen der Homogenität wird eine Zerkleinerung der Laboratoriumsprobe empfohlen.

6 Reagenzien

6.1 Wasser, destilliert oder vollentsalzt.

6.2 Konzentrierte Salpetersäure, $\rho = 1,40$ g/ml.

6.3 Herstellung von Reagenzien.

6.3.1 Herstellung des Reagenz auf der Grundlage von Natriummolybdat

Lösung A: 70 g Natriummolybdatdihydrat werden in 100 ml destilliertem Wasser gelöst.

Lösung B: 60 g Citronensäuremonohydrat werden in 100 ml destilliertem Wasser gelöst und mit 85 ml konzentrierter Salpetersäure (6.2) versetzt.

Lösung C: Unter Rühren wird Lösung A zu Lösung B gegeben, um Lösung C zu erhalten.

Lösung D: Zu 50 ml destilliertem Wasser werden 35 ml konzentrierte Salpetersäure (6.2) und danach 5 ml frisch destilliertes Chinolin gegeben. Diese Lösung wird zu Lösung C gegeben; alles wird gründlich gemischt und über Nacht im Dunkeln stehen gelassen. Nach Ablauf dieser Zeit wird mit destilliertem Wasser auf 500 ml aufgefüllt, erneut gemischt und durch eine Glasfritte (7.7) filtriert.

6.3.2 Herstellung des Reagenz auf der Grundlage von Ammoniummolybdat

Lösung A: 100 g Ammoniummolybdat werden unter geringem Erwärmen und gelegentlichem Rühren in 300 ml destilliertem Wasser gelöst.

Lösung B: 120 g Citronensäuremonohydrat werden in 200 ml destilliertem Wasser gelöst und mit 170 ml konzentrierter Salpetersäure (6.2) versetzt.

Lösung C: Zu 70 ml konzentrierter Salpetersäure (6.2) werden 10 ml frisch destilliertes Chinolin gegeben.

Chinolin kann kommerziell erworben werden und kann anstelle von „frisch destilliert“ verwendet werden. Außerdem sollte die Chinolin-Stammlösung regelmäßig auf Farbveränderungen untersucht und bei Bedarf durch einen neuen Stamm ersetzt werden.

Lösung D: Die Lösung A wird langsam unter sorgfältigem Umrühren in Lösung B gegossen. Nach gründlichem Mischen wird dieser Mischung Lösung C hinzugefügt und auf einen Liter aufgefüllt. Nach zweitägigem Stehen im Dunkeln wird das Reagenz durch eine Glasfritte (7.7) oder ein Filterpapier von ähnlicher Porosität filtriert.

Die Reagenzien 6.3.1 und 6.3.2 sind in ihrer Anwendung gleichwertig; beide müssen im Dunkeln in luftdicht verschlossenen Polyethylenflaschen aufbewahrt werden.

6.4 Kaliumdihydrogenphosphat, mit 0,01 g P_2O_5 Gehalt.

7 Geräte

7.1 Übliche Laborausrüstung.

7.2 500-ml-Weithals-Erlenmeyerkolben.

7.3 Messpipetten, 10 ml, 25 ml und 50 ml Nennvolumen.

7.4 Glasfiltertiegel, Porosität 5 μm bis 20 μm .

7.5 Saugflasche.

7.6 Trockenschrank, regelbar auf $(250 \pm 10) ^\circ C$.

7.7 Glasfilternutsche (Glasfritte), Porosität 5 μm bis 20 μm oder Filterpapier mit ähnlicher Porosität.

8 Durchführung

8.1 Behandlung der Lösung

Mit einer Pipette (7.3) wird ein aliquoter Teil des Düngemittelextrakts mit etwa 0,01 g P_2O_5 nach Tabelle 1 (siehe Literaturhinweise [3],[4], [5], [6], [7], [8], [9], [10] und [11]) entnommen. Der aliquote Teil wird in den Erlenmeyerkolben (7.2) gegeben. 15 ml konzentrierte Salpetersäure (6.2) werden hinzugefügt und mit Wasser auf etwa 100 ml verdünnt. Wenn in der zu fällenden Lösung mehr als 15 ml Citratlösung (neutrales Ammoniumcitrat, alkalische Ammoniumcitratlösung nach Petermann oder Joulie) enthalten sind, müssen 21 ml konzentrierte Salpetersäure (6.2) hinzugegeben werden.

Tabelle 1 — Bestimmung der aliquoten Teile der Phosphatlösungen

% P_2O_5 im Dünge- mittel	% P im Düngemittel	Probe für die Analyse	Verdün- nung auf	Probe	Verdün- nung auf	Zu fällende Probe	Umrech- nungsfaktor (F) von Chinolin- phospho- molybdat	Umrech- nungsfaktor (F') von Chinolin- phospho- molybdat
		g	ml	ml	ml	ml	% P_2O_5	% P
5 bis 10	2,2 bis 4,4 {	1	500	—	—	50	32,074	13,984
		5	500	—	—	10	32,074	13,984
10 bis 25	4,4 bis 11,0 {	1	500	—	—	25	64,148	27,968
		5	500	50	500	50	64,148	27,968
> 25	> 11 {	1	500	—	—	10	160,370	69,921
		5	500	50	500	25	128,296	55,937

8.2 Hydrolyse

Bei vermutetem Vorliegen von Meta-, Pyro- oder Polyphosphaten in der Lösung ist die Hydrolyse wie folgt durchzuführen.

Der Inhalt des Erlenmeyerkolbens (7.2) wird langsam zum Sieden gebracht und bis zum Abschluss der Hydrolyse bei dieser Temperatur gehalten. Die Dauer beträgt üblicherweise 1 h. Durch Anbringen eines Rückflussskühlsystems muss dafür gesorgt werden, dass keine Flüssigkeitsverluste durch Verspritzen entstehen und dass nicht mehr als die Hälfte des Ausgangsvolumens der Flüssigkeit verdampft. Nach Beendigung der Hydrolyse wird mit Wasser (6.1) auf das ursprüngliche Volumen aufgefüllt.

8.3 Wägen des Glasfertiiegels

Der Glasfertiiegel (7.4) wird für mindestens 15 min im auf (250 ± 10) °C eingestellten Trockenschrank (7.6) getrocknet. Nach Abkühlung im Exsikkator wird er auf 0,000 1 gewogen.

8.4 Fällung

Die im Erlenmeyerkolben (7.2) enthaltene Säurelösung wird bis zum beginnenden Sieden erhitzt. Anschließend wird mit der Fällung von Chinolinphosphomolybdat begonnen, indem tropfenweise und unter ständigem Umrühren 40 ml des Fällungsreagenz (6.3.1 oder 6.3.2) zugesetzt werden. Um Phosphatlösungen zu fällen, die mehr als 15 ml Citratlösung (neutral, nach Petermann oder Joulie) enthalten, und die mit 21 ml konzentrierter Salpetersäure angesäuert worden sind (siehe 8.1), müssen 80 ml des Fällungsreagenz verwendet werden. Der Erlenmeyerkolben wird in ein heißes Wasserbad (Temperatur > 80 °C) gestellt und unter gelegentlichem Schütteln für 15 min dort belassen. Der Kolben wird aus dem Wasserbad genommen und abkühlen gelassen bevor die Lösung filtriert wird.