

DIN EN ISO 25475

ICS 65.080

Entwurf

Einsprüche bis 2019-07-17
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN 15475:2009-04

**Düngemittel –
Bestimmung von Ammoniumstickstoff (ISO 25475:2016);
Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 25475:2019**

Fertilizers –
Determination of ammoniacal nitrogen (ISO 25475:2016);
German and English version prEN ISO 25475:2019

Engrais –
Détermination de l'azote ammoniacal (ISO 25475:2016);
Version allemande et anglaise prEN ISO 25475:2019

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2019-05-17 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 36 Seiten

DIN-Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 25475:2019) enthält unverändert die Internationale Norm ISO 25475:2016, 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 25475 vorgeschlagen wird.

ISO 25475:2016 wurde als EN 15475:2009 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 3696	siehe	DIN ISO 3696
ISO 5725-1	siehe	DIN ISO 5725-1

Änderungen

Gegenüber DIN EN 15475:2009-04 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Allgemeines: Die Verweisungen EN 1482-1 und EN 1482-2 sind in ISO 14820-1 und ISO 14820-2 geändert worden;
- b) 5.9: „mass fraction“ hinzugefügt;
- c) 5.12: nach „p.a.“ zur Erläuterung (p.a.= zur Analyse = analysenrein) hinzugefügt;
- d) 6.1: die ersten beiden Sätze wurden zusammengeführt;
- e) 6.4: „35 l/min bis 40 l/min“ geändert in „35 r/min bis 40 r/min“;
- f) 8.1: „Durch ein Filter wird in einen 500-ml-Messkolben filtriert und das Volumen bis zur Marke mit Wasser aufgefüllt“ geändert in „Die Lösung wird durch ein Filter in einen 500-ml-Messkolben filtriert und mit Wasser bis zur Marke aufgefüllt“;
- g) 10.1, Zeile 1: „Ein Ringversuch wurde im Jahr 2004 mit 24, bzw. 22 teilnehmenden Laboratorien...“ wurde geändert in „Ein Ringversuch wurde im Jahr 2004 mit 24 teilnehmenden Laboratorien durchgeführt“;
- h) Literaturhinweise: Verweisung [3] wurde gestrichen.

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

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

DIN ISO 5725-1, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen — Teil 2: Allgemeine Grundlagen und Begriffe*

— Leerseite —

Düngemittel — Bestimmung von Ammoniumstickstoff (ISO 25475:2016)

Engrais — Détermination de l'azote ammoniacal (ISO 25475:2016)

Fertilizers — Determination of ammoniacal nitrogen (ISO 25475:2016)

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.....	6
2 Normative Verweisungen	6
3 Begriffe	6
4 Kurzbeschreibung.....	6
5 Reagenzien	6
6 Geräte.....	7
7 Probenahme und Probenvorbereitung.....	12
8 Durchführung	12
8.1 Herstellung der Lösung	12
8.2 Durchführung der Analyse	12
8.3 Blindversuch.....	14
8.4 Kontrollbestimmung.....	14
9 Berechnung und Auswertung der Ergebnisse.....	14
10 Präzision	14
10.1 Ringversuch	14
10.2 Wiederholpräzision.....	15
10.3 Vergleichpräzision.....	15
11 Prüfbericht	15
Anhang A (informativ) Ringversuchsergebnisse.....	16
Literaturhinweise	17

Europäisches Vorwort

Der Text von ISO 25475:2016 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 134 „Fertilizers, soil conditioners and beneficial substances“ der Internationalen Organisation für Normung (ISO) erarbeitet und als prEN ISO 25475:2019 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 15475:2009 ersetzen.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO 25475:2016 wurde von CEN als prEN ISO 25475:2019 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 25475 wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 260, *Düngemittel und Kalkdünger* als EN 15475:2009 erarbeitet und (ohne Änderungen außer den nachfolgend festgelegten) vom Technischen Komitee ISO/TC 134, *Fertilizer and soil conditioners* angenommen.

In den folgenden Absätzen wurden Änderungen vorgenommen:

- a) Allgemeines: Die Verweisungen EN 1482-1 und EN 1482-2 sind in ISO 14820-1 und ISO 14820-2 geändert worden;
- b) 5.9: „mass fraction“ hinzugefügt;
- c) 5.12: nach „p.a.“ zur Erläuterung (p.a.= zur Analyse = analysenrein) hinzugefügt;
- d) 6.1: die ersten beiden Sätze wurden zusammengeführt;
- e) 6.4: „35 l/min bis 40 l/min“ geändert in „35 r/min bis 40 r/min“;
- f) 8.1: „Durch ein Filter wird in einen 500-ml-Messkolben filtriert und das Volumen bis zur Marke mit Wasser aufgefüllt“ geändert in „Die Lösung wird durch ein Filter in einen 500-ml-Messkolben filtriert und mit Wasser bis zur Marke aufgefüllt“;

- g) 8.2, Tabelle 3: " F = Faktor, der die eingewogene Menge, die Verdünnung, den aliquoten Anteil der Probenlösung, der zu destillieren ist, und das volumetrische Äquivalent umfasst, ausgedrückt als Prozentsatz von Ammoniumstickstoff im Düngemittel" wurde wie folgt geändert: " F = Faktor der die eingewogene Menge, die Verdünnung, den aliquoten Anteil der Probenlösung, der zu destillieren ist, und das volumetrische Äquivalent umfasst" geändert^{N1};
- h) 10.1, Zeile 1: „Ein Ringversuch wurde im Jahr 2004 mit 24, bzw. 22 teilnehmenden Laboratorien...“ wurde geändert in „Ein Ringversuch wurde im Jahr 2004 mit 24 teilnehmenden Laboratorien durchgeführt“;
- i) Literaturhinweise: Verweisung [3] wurde gestrichen.

N1 Nationale Fußnote: Deutsche Fassung: keine Änderung, da deutsche Übersetzung mit dem neuen englischen Text übereinstimmt.

1 Anwendungsbereich

Diese Internationale Norm legt ein Verfahren zur Bestimmung des Ammoniumstickstoffgehalts in Düngemitteln fest. Das Verfahren ist auf alle Stickstoffdünger einschließlich Mehrnährstoffdünger anwendbar, in denen Stickstoff ausschließlich entweder in Form von Ammoniumsalzen oder von Ammoniumsalzen zusammen mit Nitraten enthalten ist.

Diese Internationale Norm gilt nicht für Düngemittel, die Harnstoffe, Cyanamid oder andere organische Stickstoffverbindungen enthalten.

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 3696, *Water for analytical laboratory use — Specification and test methods*

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

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.

4 Kurzbeschreibung

Verdrängung des Ammoniaks mit überschüssigem Natriumhydroxid, Destillation und Bestimmung des Ammoniaks in einem bekannten Volumen von Schwefelsäure-Standardlösung und Titration des Säureüberschusses mit einer Natrium- oder Kaliumhydroxid-Standardlösung.

5 Reagenzien

5.1 Allgemeines

Es werden nur Reagenzien von anerkannter Analysenreinheit und destilliertes oder demineralisiertes Wasser, frei von Kohlendioxid und allen Stickstoffbestandteilen (Qualität 3 nach ISO 3696) verwendet.

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

5.3 Schwefelsäure (für Variante a), $c = 0,05 \text{ mol/l}$.

5.4 Natrium- oder Kaliumhydroxidlösung (für Variante a), carbonatfrei, $c = 0,1 \text{ mol/l}$.

5.5 Schwefelsäure (für Variante b, siehe Anmerkung in 8.2), $c = 0,1 \text{ mol/l}$.

5.6 Natrium- oder Kaliumhydroxidlösung (für Variante b, siehe Anmerkung in 8.2), carbonatfrei, $c = 0,2 \text{ mol/l}$.

5.7 Schwefelsäure (für Variante c, siehe Anmerkung in 8.2), $c = 0,25 \text{ mol/l}$.

5.8 Natrium- oder Kaliumhydroxidlösung (für Variante c, siehe Anmerkung in 8.2), carbonatfrei, $c = 0,5 \text{ mol/l}$.

5.9 Natriumhydroxid, 30%ig (Massenanteil), etwa $\rho(\text{NaOH}) = 1,33 \text{ g/ml}$, ammoniakfrei.

5.10 Indikatorlösungen.

5.10.1 Mischindikator.

Lösung A: 1 g Methylrot wird in 37 ml Natriumhydroxidlösung (5.4), $c = 0,1 \text{ mol/l}$, 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, grau in neutraler Lösung und grün in alkalischer Lösung. Von dieser Indikatorlösung werden 0,5 ml (10 Tropfen) verwendet.

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 erforderlichenfalls filtriert. Dieser Indikator (4 bis 5 Tropfen) darf anstelle des vorherigen Mischindikators verwendet werden. Dieser Indikator ist in saurer Lösung rot und in alkalischer Lösung gelb.

5.11 Siedehilfe (z. B. Bimsstein, Glasperlen), in Salzsäure gewaschen und geglüht.

5.12 Ammoniumsulfat, p.a. (p.a. = zur Analyse = analysenrein).

6 Geräte

6.1 Destillationsapparatur.

Die Ausrüstung wird aus Borosilicatglas gefertigt und besteht aus einem Rundkolben mit ausreichendem Nennvolumen, der durch einen Tropfenfänger mit dem Kühler verbunden ist.

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

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