

DIN EN 17701-1



ICS 65.080

Entwurf

Einsprüche bis 2023-05-24
Vorgesehen als Ersatz für
DIN CEN/TS 17701-1:2022-06

**Pflanzen-Biostimulanzien –
Bestimmung spezifischer Elemente –
Teil 1: Aufschluss durch Königswasser zur anschließenden Bestimmung
der Elemente;
Deutsche und Englische Fassung prEN 17701-1:2023**

Plant biostimulants –
Determination of specific elements –
Part 1: Digestion by aqua regia for subsequent determination of elements;
German and English version prEN 17701-1:2023

Biostimulants des végétaux –
Détermination des éléments spécifiques –
Partie 1: Digestion par eau régale pour la détermination subséquente des éléments;
Version allemande et anglaise prEN 17701-1:2023

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2023-03-24 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 25 Seiten

DIN-Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN 17701-1:2023) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 455 „Pflanzen-Biostimulanzien“ erarbeitet, dessen Sekretariat von AFNOR (Frankreich) gehalten wird.

Das zuständige deutsche Normungsgremium ist der Arbeitsausschuss NA 057-03-06 AA „Pflanzen-Biostimulanzien“ 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.

Änderungen

Gegenüber DIN CEN/TS 17701-1:2022-06 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Ergänzung des informativen Anhangs ZA zum Zusammenhang mit der Verordnung für EU-Düngeprodukte.

Pflanzen-Biostimulanzien – Bestimmung spezifischer Elemente – Teil 1: Aufschluss durch Königswasser zur anschließenden Bestimmung der Elemente

Plant biostimulants – Determination of specific elements – Part 1: Digestion by aqua regia for subsequent determination of elements

Biostimulants des végétaux – Détermination des éléments spécifiques – Partie 1: Digestion par eau régale pour la détermination subséquente des éléments

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	3
Einleitung	4
1 Anwendungsbereich	5
2 Normative Verweisungen	5
3 Begriffe	5
4 Kurzbeschreibung	5
5 Probenahme und Probenvorbereitung	5
6 Reagenzien	6
7 Geräte	6
8 Durchführung	6
8.1 Probenaufschluss	6
8.2 Probenvorkonzentrierung	7
8.3 Blindwert	7
9 Untersuchungsbericht	7
Anhang A (informativ) Anpassung an verschiedene Aufschlussverfahren und Messgeräte	9
A.1 Anpassung der Verfahrensweise an unterschiedliche Endvolumina	9
A.2 Berechnung der Probenmasse	9
A.2.1 Allgemeines	9
A.2.2 Berechnung der Probenmasse (Trockenmasse)	10
A.2.3 Berechnung der Probenmasse für die Analyse	10
Anhang ZA (informativ) Zusammenhang zwischen dieser Europäischen Norm und den grundlegenden Anforderungen der abzudeckenden Verordnung (EU) 2019/1009 zur Bereitstellung von EU-Düngeprodukten auf dem Markt	11
Literaturhinweise	12

Tabellen

Tabelle A.1 — Neu berechnete Parameter für unterschiedliche Endvolumina	9
Tabelle A.2 — Gesetzliche Grenzwerte und typische Grenzen der quantitativen Bestimmung	9
Tabelle ZA.1 — Zusammenhang zwischen dieser Europäischen Norm und der Verordnung (EU) 2019/1009	11

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN 17701-1:2023) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 455 „Pflanzen-Biostimulanzien“ erarbeitet, dessen Sekretariat von AFNOR gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur CEN-Umfrage vorgelegt.

Dieses Dokument wird CEN/TS 17701-1:2022 ersetzen.

Dieses Dokument wurde im Rahmen eines Normungsauftrages erarbeitet, den die Europäische Kommission und die Europäische Freihandelsassoziation CEN erteilt haben, und unterstützt grundlegende Anforderungen der EU-Richtlinie(n)/Verordnung(en).

Zum Zusammenhang mit EU-Richtlinie(n)/Verordnung(en) siehe informativen Anhang ZA, der Bestandteil dieses Dokuments ist.

Die Normenreihe EN 17701, *Pflanzen-Biostimulanzien — Bestimmung spezifischer Elemente*, besteht aus den folgenden Teilen:

- Teil 1: *Aufschluss durch Königswasser zur anschließenden Bestimmung der Elemente;*
- Teil 2: *Bestimmung des Gesamtgehaltes an Cd, Pb, Ni, As, Cr, Cu und Zn;*
- Teil 3: *Bestimmung von Quecksilber.*

Einleitung

Dieses Dokument wurde von den Experten des CEN/TC 455 „Pflanzen-Biostimulanzien“ erarbeitet. Das Europäische Komitee für Normung (CEN) wurde von der Europäischen Kommission (EC) beauftragt, Europäische Normen bzw. europäische Normungsergebnisse zu verfassen, die der Umsetzung der Verordnung (EU) 2019/1009 des Europäischen Parlaments und des Rates vom 5. Juni 2019 mit Vorschriften für die Bereitstellung von EU-Düngeprodukten auf dem Markt („Düngeprodukteverordnung“) dienen sollen.

Dieser Normungsauftrag, vorgestellt als M/564 und M/564/Amd1, ist auch ein Beitrag zur Strategie „Innovating for Sustainable Growth: A Bio economy for Europe“. Im Rahmen dieses Normungsauftrags wurde die Arbeitsgruppe 4 „Weitere Sicherheitsparameter“ gebildet, um ein Arbeitsprogramm zu entwickeln. Das Technische Komitee CEN/TC 455 „Pflanzen-Biostimulanzien“ wurde eingerichtet, um dieses Arbeitsprogramm auszuführen, wobei eine Normenreihe erarbeitet wird. Das Interesse an Biostimulanzien als wertvolles Hilfsmittel für die Landwirtschaft ist in Europa deutlich gestiegen. Es wurde erkannt, dass der Normung eine wichtige Rolle zukommt, wenn es darum geht, den Einsatz von Pflanzen-Biostimulanzien zu fördern. Die Arbeit des CEN/TC 455 ist darauf ausgerichtet, die Zuverlässigkeit der Lieferkette zu verbessern und so das Vertrauen von Landwirten, Industrie und Verbrauchern in Pflanzen-Biostimulanzien zu stärken, und wird die Kommerzialisierung der europäischen Biostimulanzienindustrie fördern und unterstützen.

Die Erarbeitung dieses Dokuments beruht auf einem Normungsauftrag, der CEN von der Europäischen Kommission und der Europäischen Freihandelsassoziation (Normungsauftrag M/564 und M/564/Amd1) bezüglich der Modernisierung der Verfahren zur Analyse von Düngemitteln im Rahmen der Verordnung (EU) 2019/1009 des Europäischen Parlaments und des Rates erteilt wurde.

Königswasser wird für den Aufschluss verschiedener Matrices für die anschließende Bestimmung vieler Elemente angewendet. So wurde beispielsweise eine mehrere Matrices abdeckende Norm für die Extraktion von Böden, Schlämmen und Bioabfall mit Königswasser vom CEN/TC 444 erarbeitet. Eine ähnliche Verfahrensweise wurde für die Bestimmung der mit Königswasser extrahierbaren Gehalte an Arsen, Quecksilber, Cadmium, Chrom, Nickel und Blei in Düngemitteln und Kalkdüngern (vom CEN/TC 260 erarbeitete Norm) angewendet. CEN/TC 223 hat eine Norm für eine ähnliche Verfahrensweise für Bodenverbesserungsmittel und Kultursubstrate veröffentlicht. Die weitverbreitete Anwendung des Aufschlusses mit Königswasser, die Verfügbarkeit der Geräte sowie die zukünftige Möglichkeit, die Normen für verschiedene Matrices zusammenzuführen, waren die Hauptgründe dafür, dieses Aufschlussverfahren auch auf Pflanzen-Biostimulanzien anzuwenden. Eine einfache Verfahrensweise zur Vorkonzentrierung ist Bestandteil dieses Dokuments, um auch den Aufschluss von flüssigen Proben mit niedrigem Trockenmassegehalt abzudecken, falls das Messverfahren nicht empfindlich genug ist. Im Anhang A wird die Berechnung der Ausgangsmasse der Probe detailliert beschrieben, die für den Schritt der Vorkonzentrierung zu verwenden ist, um Konzentrationen der einzelnen Elemente zu erreichen, die über der Bestimmungsgrenze liegen (LOQ, en: limit of quantification).

WARNUNG — Die Anwender dieses Dokuments sollten mit der üblichen Laborpraxis vertraut sein. Dieses Dokument beansprucht nicht, sämtliche mit seiner Anwendung verbundenen Sicherheitsprobleme, soweit diese gegeben sind, zu behandeln. Es liegt in der Verantwortung des Anwenders, die angemessenen Maßnahmen in Bezug auf den Gesundheits- und Arbeitsschutz einzuleiten und die Einhaltung jeglicher nationaler gesetzlicher Vorschriften sicherzustellen.

WICHTIG — Es ist unbedingt notwendig, dass nach diesem Dokument durchgeführte Untersuchungen von angemessen ausgebildetem Personal vorgenommen werden.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt das Verfahren für den Aufschluss verschiedener Pflanzen-Biostimulanzien mit Königswasser fest, um eine anschließende Bestimmung von Arsen (As), Cadmium (Cd), Kupfer (Cu), Chrom (Cr), Quecksilber (Hg), Nickel (Ni), Blei (Pb) und Zink (Zn) zu ermöglichen. Das Verfahren kann auch für die Bestimmung anderer Elemente verwendet werden. Das Verfahren ist für alle festen und/oder flüssigen Pflanzen-Biostimulanzien anwendbar.

Dieses Dokument ist auch für Düngeproduktmischungen anwendbar, die zur PFC 7 gehören und bei denen das in der Mischung enthaltene EU-Düngeprodukt Pflanzen-Biostimulans den größten Massenanteil in % in der Mischung ausmacht. Im Fall von gleich großen Anteilen kann der Anwender entweder die vorliegende Norm oder die für den/die anderen Bestandteil(e) anwendbare(n) Norm(en) verwenden.

Die Extrakte sind für die Analyse nach EN 17701-2:—¹ (ICP-AES) und EN 17701-3:—² (Quecksilber-Analyse) geeignet.

ANMERKUNG Alternativ kann die Massenspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-MS) für die Bestimmung der Elemente in den Königswasseraufschlüssen genutzt werden, sofern der Anwender nachweist, dass das Verfahren zu den gleichen Ergebnissen führt.

2 Normative Verweisungen

Es gibt keine normativen Verweisungen in diesem Dokument.

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

3.1

Aufschluss

Mineralisierung der organischen Substanz einer Probe und mehr oder weniger vollständige Auflösung ihres mineralischen Anteils bei der Reaktion mit einem Reagenziengemisch

3.2

Blindwert-Untersuchungslösung

Lösung, die auf dieselbe Weise wie die zu untersuchende Probenlösung hergestellt wird, jedoch ohne die Prüfmenge

4 Kurzbeschreibung

Die Proben werden in siedendem Königswasser zwei Stunden lang unter Rückflussbedingungen aufgeschlossen.

5 Probenahme und Probenvorbereitung

Probenahme und Probenvorbereitung sind nicht Gegenstand dieses Dokuments. Empfohlene Verfahren der Probenahme und der Probenvorbereitung finden sich in EN 17702-1:—³ und EN 17702-2:—⁴.

1 In Vorbereitung.

2 In Vorbereitung.

3 In Vorbereitung.

4 In Vorbereitung.

6 Reagenzien

6.1 Die Konzentration des Analyten oder der interferierenden Substanzen in den Reagenzien und im Wasser sollte im Vergleich zu der niedrigsten zu bestimmenden Konzentration vernachlässigbar sein. Wasser, mit einer spezifischen Leitfähigkeit von höchstens 0,2 mS/m bei 25 °C, frei von den zu bestimmenden Elementen.

6.2 Salzsäure 37 %, $c(\text{HCl}) \approx 12 \text{ mol/l}$, $\rho \approx 1,18 \text{ g/ml}$.

6.3 Salpetersäure 65 %, $c(\text{HNO}_3) \approx 14,3 \text{ mol/l}$, $\rho \approx 1,4 \text{ g/ml}$.

6.4 Antischaummittel, z. B. sind *n*-Dodecan ($\text{C}_{12}\text{H}_{26}$) oder Octanol ($\text{C}_8\text{H}_{18}\text{O}$) geeignet.

7 Geräte

7.1 Übliche Laborglasgeräte, alle Glas- und Kunststoffgeräte müssen adäquat gereinigt und gelagert werden, um jegliche Kontamination zu vermeiden.

7.2 Gerät für den thermischen Aufschluss, temperaturgeregelt, mit Reaktionsgefäß und Rückflusskühler. Das Nennvolumen des Reaktionsgefäßes sollte mindestens das 5-Fache des verwendeten Volumens an Königswasser betragen.

7.3 Filterpapier, aschefrei und von anerkannter sowie geprüfter Qualität.

7.4 Analysenwaage, geeignet zum Wägen mit einer Fehlergrenze von 1 mg oder besser.

8 Durchführung

ACHTUNG — Es müssen geeignete Vorkehrungen getroffen werden, um jeglichen Kontakt des Laborkontakts mit Säuredämpfen zu vermeiden. Das Aufschlussverfahren muss in einem gut belüfteten Rauchabzugssystem durchgeführt werden.

8.1 Probenaufschluss

Diese Verfahrensweise kann für alle Proben von Pflanzen-Biostimulanzien angewendet werden, sofern eine ausreichend empfindliche Bestimmungsmethode angewendet wird. Für einige flüssige Proben mit einem niedrigen Trockenmassegehalt kann unter Umständen ein Vorkonzentrierungsschritt (8.2) notwendig sein.

2,5 g bis 5,0 g der festen Probe oder der flüssigen Probe, die einer Trockenmasse von etwa 1,5 g bis 3,0 g entspricht, werden auf 0,001 g eingewogen. Die Probe wird quantitativ in das Reaktionsgefäß (7.2) überführt. Flüssige Proben werden bevorzugt direkt in das Reaktionsgefäß (7.2) eingewogen. Die feste Probe wird mit etwa 0,5 ml bis 1,0 ml Wasser befeuchtet und unter leichtem Schwenken mit 21 ml Salzsäure (6.2) gefolgt von 7 ml Salpetersäure (6.3) versetzt, erforderlichenfalls tropfenweise. Im Fall von übermäßiger Schaumbildung wird ein Tropfen Antischaummittel (6.4) zugegeben. Das Reaktionsgefäß wird mit dem Kühler verbunden und das Gemisch wird bei Labortemperatur stehengelassen, bis jegliches Aufschäumen nahezu aufgehört hat. Das Reaktionsgefäß wird in die Heizeinrichtung gestellt, und die Temperatur des Reaktionsgemisches wird bis zur Einstellung der Rückflussbedingungen langsam erhöht und anschließend für 2 h beibehalten, wobei sichergestellt wird, dass die Kondensationszone tiefer liegt als $\frac{1}{3}$ der Kühlerhöhe. Anschließend abkühlen lassen und den Kühler mit 10 ml Wasser (6.1) spülen.

Der Inhalt des Reaktionsgefäßes wird quantitativ in einen 150-ml-Messkolben überführt, mit Wasser (6.1) wird bis zur Markierung aufgefüllt und es wird gut gemischt.

Die Untersuchungslösungen dürfen erforderlichenfalls filtriert oder zentrifugiert werden. Hierfür wird aschefreies Filterpapier von anerkannter und geprüfter Qualität (7.3) verwendet, und die erste Teilmenge des Filtrats (etwa 20 ml) wird verworfen.