

DIN EN 17703



ICS 65.080

Einsprüche bis 2023-08-02
Vorgesehen als Ersatz für
DIN CEN/TS 17703:2022-06

Entwurf

**Pflanzen-Biostimulanzien –
Bestimmung von Chrom(VI);
Deutsche und Englische Fassung prEN 17703:2023**

Plant biostimulants –
Determination of chromium(VI);
German and English version prEN 17703:2023

Biostimulants des végétaux –
Dosage du chrome(VI);
Version allemande et anglaise prEN 17703:2023

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2023-06-02 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 46 Seiten

DIN-Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN 17703:2023) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 455 „Pflanzen-Biostimulanzien“ erarbeitet, dessen Sekretariat von AFNOR (Frankreich) gehalten wird.

Das zuständige nationale 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.

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

ISO 5725-2:2019	siehe	DIN ISO 5725-2:2022-05
ISO 17034	siehe	DIN EN ISO 17034

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 17703:2022-06 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Änderung der Veröffentlichungsform von einer Technischen Spezifikation zu einer Europäischen Norm;
- b) Ergänzung des informativen Anhangs A mit Ringversuchsdaten zur Wiederhol- und Vergleichpräzision des Verfahrens;
- c) Ergänzung des informativen Anhangs ZA zum Zusammenhang mit der Verordnung für EU-Düngeprodukte.

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO 17034, *Allgemeine Anforderungen an die Kompetenz von Referenzmaterialherstellern*

DIN ISO 5725-2:2022-05, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen — Teil 2: Grundlegende Methode für die Ermittlung der Wiederhol- und Vergleichpräzision eines vereinheitlichten Messverfahrens (ISO 5725-2:2019); Text Deutsch und Englisch*

– *Entwurf* –

E DIN EN 17703:2023-07

– Leerseite –

Pflanzen-Biostimulanzien – Bestimmung von Chrom(VI)

Plant biostimulants – Determination of chromium(VI)

Biostimulants des végétaux – Dosage du chrome(VI)

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	4
Einleitung	5
1 Anwendungsbereich	6
2 Normative Verweisungen	6
3 Begriffe	6
4 Kurzbeschreibung	7
5 Chemikalien	7
6 Geräte und Materialien	8
7 Durchführung	9
7.1 Probenahme und Probenvorbereitung	9
7.2 Vorbereitung der Analysenlösung	9
7.3 Chromatographische Bedingungen	9
7.4 Kalibrierung	10
7.5 Bestimmung der Wiederfindungsrate	10
8 Berechnung und Auswertung	11
8.1 Berechnung des Chrom(VI)-Gehalts	11
8.2 Wiederfindungsrate (nach 7.5)	11
8.3 Auswertung	12
9 Untersuchungsbericht	12
Anhang A (informativ) Ergebnisse des Ringversuchs	13
A.1 Ringversuch	13
A.2 Statistische Ergebnisse der Bestimmung von Cr(VI)	13
Anhang B (informativ) Chromatographische Bedingungen für das direkte Nachweisverfahren . .	15
B.1 Allgemeines	15
B.2 Beispiel ionenchromatographischer Bedingungen	15
B.2.1 Reagenzien der mobilen Phase	15
B.2.2 Gerätebedingungen	15
Anhang C (informativ) Chromatographische Bedingungen für das Verfahren mit Nachsäulenreaktion	17
C.1 Allgemeines	17
C.2 Chromatographisches System und erforderliche Geräte	17
C.3 Beispiel für Analysenbedingungen	18
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	20
Literaturhinweise	21

Bilder

Bild C.1 — Schematische Darstellung eines Systems zur Ionenchromatographie mit Nachsäulenreaktion	17
--	----

Tabellen

Tabelle 1 — Vorbereitung der Kalibrierstufen	10
Tabelle A.1 — Für den Ringversuch verwendete Proben von Pflanzen-Biostimulanzien	13
Tabelle A.2 — Ergebnisse der statistischen Auswertung	14

Tabelle ZA.1 — Zusammenhang zwischen dieser Europäischen Norm und der Verordnung (EU) 2019/1009	20
--	-----------

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN 17703:2023) 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 17703:2022 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.

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 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“ (en: Other safety parameters) 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 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 im Bereich Biostimulanzien zu stärken, und wird die Kommerzialisierung der europäischen Biostimulanzienindustrie fördern und unterstützen.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument wurde erarbeitet, um ein Verfahren für die Verifizierung bereitzustellen, dass sechswertiges Chrom (CrVI) nicht in einer Konzentration in Pflanzen-Biostimulanzien vorhanden ist, die die in der EU-Verordnung zu Düngeprodukten [1] aufgeführten Grenzwerte übersteigt.

Dieses Dokument ist anzuwenden für alle Arten von Pflanzen-Biostimulanzien (in fester Form und in flüssiger Form¹), die in der Landwirtschaft eingesetzt werden.

Das beschriebene Verfahren ist geeignet, den Chrom(VI)-Gehalt in Pflanzen-Biostimulanzien ab 2 mg/kg quantitativ zu bestimmen.

Die mit dem beschriebenen Verfahren erzielten Ergebnisse sind streng von den Extraktionsbedingungen abhängig. Ergebnisse, die mit anderen Extraktionsverfahren (Extraktionslösung, pH-Wert, Extraktionszeit usw.) erzielt wurden, sind nicht mit den Ergebnissen vergleichbar, die mit dem in diesem Dokument beschriebenen Verfahren erzielt wurden. Daher wird dieses Dokument ausdrücklich für die quantitative Bestimmung des Chrom(VI)-Gehalts in Mischungen von Düngeprodukten, die Pflanzen-Biostimulanzien enthalten, empfohlen, unabhängig vom prozentualen Anteil der verschiedenen Bestandteile innerhalb der Mischung.

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 17702-1:—², *Pflanzen-Biostimulanzien — Probenahme und Probenvorbereitung — Teil 1: Probenahme*

EN 17702-2:—³, *Pflanzen-Biostimulanzien — Probenahme und Probenvorbereitung — Teil 2: Probenvorbereitung*

EN 17704:—⁴, *Pflanzen-Biostimulanzien — Bestimmung der Trockenmasse*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

3.1

Chrom(VI)-Gehalt

Gehalt an Chrom(VI) in Pflanzen-Biostimulanzien, nach Extraktion mit einer wässrigen Salzlösung bei einem pH-Wert von 7,0 bis 8,0 bestimmt

Anmerkung 1 zum Begriff: Der Gehalt an Chrom(VI) wird als Chrom(VI) in Milligramm je Kilogramm (mg/kg), bezogen auf die Trockenmasse der Probe, angegeben.

[QUELLE: EN ISO 17075-2:2017, Definition 3.1]

1 Entsprechend der Begriffsbestimmung für „feste Form“ und „flüssige Form“ in der aktuellen EU-Verordnung zum Zeitpunkt ihrer Veröffentlichung.

2 In Vorbereitung.

3 In Vorbereitung.

4 In Vorbereitung.

4 Kurzbeschreibung

Zum Nachweis der Einhaltung des in der Verordnung (EU) 2019/1009 festgelegten Grenzwerts für den Chrom(VI)-Gehalt in Pflanzen-Biostimulanzien stehen folgende Möglichkeiten zur Auswahl:

- Verwendung eines Prüfverfahrens, mit dem der Gesamtgehalt an Chrom bestimmt wird, vorausgesetzt das Prüfergebnis zeigt einen Gehalt unterhalb des Grenzwerts für Chrom(VI) an. In solch einem Fall kann mit Sicherheit angenommen werden, dass das Pflanzen-Biostimulans den Grenzwert für Chrom(VI) einhält.
- Verwendung eines Prüfverfahrens, mit dem nur der Gehalt an Chrom(VI) bestimmt wird.

Die Bestimmung des Gesamtgehalts an Chrom in Pflanzen-Biostimulanzien kann unter Verwendung folgender Verweisungen durchgeführt werden:

EN 17701-1:—⁵, Pflanzen-Biostimulanzien — Bestimmung spezifischer Elemente — Teil 1: Aufschluss durch Königswasser zur anschließenden Bestimmung der Elemente

EN 17701-2:—⁶, Pflanzen-Biostimulanzien — Bestimmung spezifischer Elemente — Teil 2: Bestimmung des Gesamtgehaltes an Cd, Pb, Ni, As, Cr, Cu und Zn

Die vorliegende Norm legt das Verfahren zur gezielten Bestimmung des Gehalts an Chrom(VI) in Pflanzen-Biostimulanzien fest: lösliches Chrom(VI) wird aus der Probe mit Phosphatpuffer bei einem pH-Wert von 7,0 bis 8,0 extrahiert. Ein Aliquot des filtrierten Extraktes wird mit Ionenaustauschchromatographie mit UV-VIS-Nachweis auf Cr(VI) untersucht.

5 Chemikalien

Alle verwendeten Reagenzien müssen mindestens von analysenreiner Qualität sein.

5.1 Extraktionslösung

22,8 g Dikaliumhydrogenphosphat ($K_2HPO_4 \cdot 3H_2O$) werden in 1 000 ml Wasser (5.7) gelöst, dann mit Phosphorsäure (5.2) eingestellt auf den pH-Wert $8,0 \pm 0,1$. Diese Lösung wird entweder mit Argon oder Stickstoff (5.6) oder einem Ultraschallbad entlüftet.

Es ist gängige Praxis, täglich eine frische Lösung herzustellen. Die Lösung kann jedoch bis zu einer Woche in einem Kühlschrank bei $(4 \pm 3)^\circ C$ aufbewahrt werden, ist jedoch vor der Verwendung auf Raumtemperatur zu erwärmen und zu entlüften.

5.2 Phosphorsäurelösung

700 ml o-Phosphorsäure, $\rho = 1,71$ g/ml, auf 1 000 ml mit Wasser (5.7) aufgefüllt.

Zuerst werden etwa 200 ml deionisiertes Wasser (5.7) und anschließend 700 ml o-Phosphorsäure in einen 1 000-ml-Messkolben gegeben und bis zur Marke mit deionisiertem Wasser aufgefüllt.

5.3 Kaliumdichromat ($K_2Cr_2O_7$), (16 ± 2) h bei $(105 \pm 5)^\circ C$ getrocknet.

5.4 Chrom(VI)-Stammlösung

2,829 g Kaliumdichromat ($K_2Cr_2O_7$) (5.3) werden in Wasser (5.7) in einem Messkolben gelöst und mit Wasser (5.7) auf 1 000 ml aufgefüllt. 1 ml dieser Lösung enthält 1 mg Chrom.

5 In Vorbereitung.

6 In Vorbereitung.

Die Lösung kann bis zu 12 Monate in einem Kühlschrank bei $(4 \pm 3)^\circ\text{C}$ aufbewahrt werden, muss jedoch vor der Benutzung auf Raumtemperatur erwärmt werden.

Es kann auch eine im Handel erhältliche Standardlösung mit einer zertifizierten Konzentration von Cr(VI) verwendet werden, die auf nationale Normen zurückgeführt werden kann. Das Verfallsdatum oder die vom Hersteller angegebene Haltbarkeitsdauer ist zu beachten.

5.5 Chrom(VI)-Standardlösung

1 ml der Lösung (5.4) wird in einen 1 000-ml-Messkolben pipettiert und bis zur Marke mit Extraktionslösung (5.1) aufgefüllt. 1 ml dieser Lösung enthält $1\ \mu\text{g}$ Chrom.

Die Lösung kann bis zu einer Woche in einem Kühlschrank bei $(4 \pm 3)^\circ\text{C}$ aufbewahrt werden, muss jedoch vor der Benutzung auf Raumtemperatur erwärmt werden.

Eine im Handel erhältliche Alternative ist eine Stammlösung von sechswertigem Chrom mit dieser Konzentration.

5.6 Argon oder Stickstoff, sauerstofffrei

Argon als Inertgas sollte gegenüber Stickstoff der Vorzug gegeben werden, da Argon eine höhere spezifische Masse als Luft hat.

5.7 Destilliertes oder deionisiertes Wasser, mit einer spezifischen Leitfähigkeit von höchstens $0,2\ \text{mS/m}$ bei 25°C .

5.8 Magnesiumchlorid-Hexahydrat ($\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)

85,4 g Magnesiumchlorid-Hexahydrat ($\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) werden in einem 100-ml-Messkolben gelöst, mit Wasser (5.7) verdünnt und nach Verschließen des Messkolbens gründlich geschüttelt.

6 Geräte und Materialien

Gebräuchliche Laborgeräte und insbesondere die folgenden:

6.1 Geeigneter mechanischer Kreisschüttler, $(100 \pm 10)\ \text{min}^{-1}$.

6.2 Erlenmeyerkolben, Nennvolumen 250 ml, mit Stopfen.

6.3 Belüftungsrohr und Durchflussmesser, für einen Durchfluss von $(50 \pm 10)\ \text{ml/min}$ geeignet.

6.4 pH-Messgerät, mit Glaselektrode.

6.5 Membranfilter, $0,45\ \mu\text{m}$ Porengröße [Polytetrafluorethylen (PTFE) oder Polyamid 66].

6.6 Übliche Laborglasgeräte und Pipetten.

6.7 Unterdrucksystem, für die Filtration der Extraktionslösung, mobilen Phase und Probenextrakte geeignet.

6.8 Ionenaustauschchromatograph mit UV/VIS-Detektor oder Hochleistungsflüssigchromatograph (en: high performance liquid chromatography, HPLC) mit Anionenaustauschsäule und UV/VIS-Detektor. Ein Photodiodenarraydetektor (DAD) wird empfohlen.

6.9 Analysenwaage, die auf $0,1\ \text{mg}$ wiegen kann.

6.10 Spritzen-Membranfilter, aus Nylon, mit Porengröße $0,45\ \mu\text{m}$ zur Filtration der Standardlösungen.

6.11 Für die HPLC geeignete Probenfläschchen.

7 Durchführung

7.1 Probenahme und Probenvorbereitung

Die Probenahme erfolgt nach EN 17702-1:—². Falls die Probenahme nach EN 17702-1:—² nicht möglich ist, müssen die Einzelheiten der Probenahme im Untersuchungsbericht angegeben werden.

Die Probenvorbereitung erfolgt nach EN 17702-2:—³. Produkte, die sich möglicherweise zersetzen oder bei Erhitzung reagieren, müssen gemahlen werden, um eine Erhitzung zu vermeiden.

7.2 Vorbereitung der Analysenlösung

Etwa $(2 \pm 0,1)$ g der Probe des Pflanzen-Biostimulans werden auf 0,001 g eingewogen (6.9). 100 ml entlüftete Lösung (5.1) werden in einen 250-ml-Erlenmeyerkolben (6.2) pipettiert. Der Sauerstoff wird durch Einleiten von sauerstofffreiem Argon (oder Stickstoff) (5.6) in den Kolben für 5 min mit einem Volumenstrom von (50 ± 10) ml/min verdrängt. Das Belüftungsrohr (6.3) wird entfernt, die Probe des Pflanzen-Biostimulans wird zugegeben und der Kolben wird mit einem Stopfen verschlossen. Das extrahierte Volumen wird als V_0 und die Masse der Probe als m notiert.

Der Erlenmeyerkolben mit der Probe des Pflanzen-Biostimulans wird für $(30,0 \pm 0,5)$ min auf einem mechanischen Kreisschüttler (6.1) bei (100 ± 10) min⁻¹ bei Raumtemperatur geschüttelt, um Chrom(VI) zu extrahieren.

Der Kolben wird in einer gleichmäßigen kreisförmigen Bewegung geschüttelt, damit die Probe des Pflanzen-Biostimulans nicht an der Kolbenwand haften bleibt, wobei darauf geachtet wird, nicht schneller als festgelegt zu schütteln.

Der Inhalt des Erlenmeyerkolbens wird unmittelbar nach Ablauf der 30-minütigen Extraktionsdauer durch einen Membranfilter in einen Glas- oder Kunststoffbehälter mit Deckel filtriert. Alternativ zur Filtration kann eine Zentrifugation durchgeführt werden. Der pH-Wert der Lösung wird überprüft. Der pH-Wert der Lösung muss zwischen 7,0 und 8,0 liegen. Falls der pH-Wert der Lösung nicht innerhalb dieses Bereichs liegt, ist das vollständige Verfahren erneut zu starten.

Falls der pH-Wert nicht zwischen 7,0 und 8,0 liegt, wird eine kleinere Probenmasse in Betracht gezogen. In diesem Fall wird die Bestimmungsgrenze erhöht sein.

Ein Aliquot des filtrierten Extraktes wird in ein Probenfläschchen (6.11) überführt. Die instrumentelle Bestimmung des Chrom(VI) sollte so bald wie möglich und spätestens jedoch 60 min nach der Extraktionsphase durchgeführt werden.

Falls davon auszugehen ist, dass die Probe eine erhebliche Menge an Chrom(III) enthält, darf 1 ml der Magnesiumchlorid-Lösung (5.8) in den 250-ml-Messkolben (6.2), der die 100 ml Extraktionslösung (5.1) enthält, hinzugegeben werden, bevor der Sauerstoff verdrängt wird.

7.3 Chromatographische Bedingungen

Die Bestimmung von Chrom(VI) wird unter Verwendung der Ionenchromatographie durchgeführt. Für die Analyse können keine bestimmten Anweisungen zur Verfügung gestellt werden, da die instrumentelle Ausrüstung der Labore variieren kann. Jedoch wurden die in Anhang A und Anhang B aufgeführten Betriebsparameter und Beispiele der Ionenchromatographie für Chrom(VI) erfolgreich geprüft und angewendet. Anhang A bestimmt Chrom(VI) durch direkten Nachweis des Peaks von Chromat bei 372 nm. Anhang B bestimmt Chrom(VI) nach einer Nachsäulenreaktion mit 1,5-Diphenylcarbazid durch Messung des Absorptionspeaks bei 540 nm.

Das Injektionsvolumen ist als V_M und die Peakfläche von Chromat als A aufzuzeichnen.

7.4 Kalibrierung

Der Gehalt an Chrom(VI) in der Probe des Pflanzen-Biostimulans wird mit einer externen Standardkalibrierung bestimmt.

Kalibrierlösungen sind aus der Standardlösung (5.5) herzustellen. Der Chrom(VI)-Gehalt in diesen Lösungen sollte den erwarteten Messbereich abdecken.

Eine geeignete Kalibrierkurve wird aus mindestens fünf Standards hergestellt, indem ein geeignetes Volumen der Standardlösung (5.5) verdünnt wird. Die angegebenen Volumina der Standardlösung (5.5) werden in 10-ml-Messkolben pipettiert. Das Volumen wird bis zur Marke mit Extraktionslösung (5.1) aufgefüllt, gut vermischt, filtriert (6.10) und ein geeignetes aliquotes Volumen wird in ein Probenfläschchen (6.11) überführt.

Beispielsweise dürfen Kalibrierstufen, wie in Tabelle 1 festgelegt, hergestellt werden.

Tabelle 1 — Vorbereitung der Kalibrierstufen

Volumen der Standardlösung (5.5) (ml)	0,50	1,00	2,00	3,00	5,00
Endvolumen (ml)	10 ml in Messkolben				
Konzentration von sechswertigem Chrom (µg/l)	50	100	200	300	500

Ein Aliquot wird in ein für das Chromatographiesystem (6.8) geeignetes Probenfläschchen (6.11) überführt.

Die Standards werden in das Chromatographiesystem (6.8) injiziert. Für jeden Standard wird das gleiche Volumen injiziert.

Es wird empfohlen, das gleiche Volumen wie bei den Proben zu injizieren. Das injizierte Volumen wird als V_C , in µl, aufgezeichnet.

Die Chrom(VI)-Konzentrationen, in Mikrogramm Cr je Milliliter (µg/ml), werden gegen die gemessenen Peakflächen von Chromat aufgetragen. Die Chrom(VI)-Konzentration wird auf der x-Achse und die Fläche auf der y-Achse aufgetragen.

7.5 Bestimmung der Wiederfindungsrate

Die Bestimmung der Wiederfindungsrate ist wichtig, um Informationen zu möglichen Matrixeffekten bereitzustellen, die die Ergebnisse beeinflussen können.

Ein Aliquot der in 7.2 erhaltenen Lösung wird mit einem geeigneten Volumen einer Chrom(VI)-Lösung aufgestockt, um die Chrom(VI)-Konzentration um 10 mg/kg zu erhöhen. Es wird das gleiche Volumen dieser Lösung injiziert wie das bei der Kalibrierung injizierte Volumen (die Fläche wird als A_s aufgezeichnet).

Ein Aliquot der Extraktionslösung (des gleichen Volumens wie das, das vorher der unter 7.2 erhaltenen Lösung entnommen wurde) wird mit einem geeigneten Volumen einer Chrom(VI)-Lösung aufgestockt, um die Chrom(VI)-Konzentration um 10 mg/kg zu erhöhen, sodass das Endvolumen dieser Lösung dem der oben aufgestockten Lösung mit Chrom(VI)-Lösung entspricht. Es wird das gleiche Volumen dieser Lösung injiziert wie das bei der Kalibrierung injizierte Volumen (die Fläche wird als A_{st} aufgezeichnet).

Die Peakfläche des Chromats dieser Lösungen muss innerhalb des Bereichs der Kalibrierkurve liegen, ansonsten wird die Durchführung mit einem kleineren Aliquot wiederholt. Die Wiederfindungsrate muss zwischen 80 % und 120 % liegen.