

DIN EN 17705



ICS 07.080

Entwurf

Einsprüche bis 2023-08-02
Vorgesehen als Ersatz für
DIN CEN/TS 17705:2022-06

**Pflanzen-Biostimulanzien –
Bestimmung von Phosphonaten;
Deutsche und Englische Fassung prEN 17705:2023**

Plant biostimulants –
Determination of phosphonates;
German and English version prEN 17705:2023

Biostimulants des végétaux –
Dosage des phosphonates;
Version allemande et anglaise prEN 17705:2023

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 35 Seiten

DIN-Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN 17705:2023) 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 siehe DIN ISO 5725-2

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 17705:2022-06 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Änderung der Veröffentlichungsform von einer Technischen Spezifikation zu einer Europäischen Norm;
- b) Ergänzung des Abschnitts 7 zur Probenahme;
- c) Ergänzung des informativen Anhangs B mit Ringversuchsdaten zur Wiederhol- und Vergleichpräzision des Verfahrens;
- d) Ergänzung des informativen Anhangs ZA zum Zusammenhang mit der Verordnung für EU-Düngeprodukte.

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 Vergleichpräzision eines vereinheitlichten Messverfahrens*

– *Entwurf* –

E DIN EN 17705:2023-07

– Leerseite –

Pflanzen-Biostimulanzien – Bestimmung von Phosphonaten

Plant biostimulants – Determination of phosphonates

Biostimulants des végétaux – Dosage des phosphonates

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	3
Einleitung	4
1 Anwendungsbereich	5
2 Normative Verweisungen	5
3 Begriffe	5
4 Kurzbeschreibung	5
5 Reagenzien	5
6 Geräte	6
7 Probenahme	6
8 Durchführung	7
8.1 Probenvorbereitung	7
8.2 Wasserextraktion	7
8.3 Herstellung der Kalibrierlösungen	7
8.4 Messung	8
8.4.1 Gerätebedingungen	8
8.4.2 Messung mit IC-CD	9
9 Berechnung und Angabe der Ergebnisse	9
9.1 Integration der Peaks	9
9.2 Konzentration von Phosphonaten in den Prüflösungen	9
10 Untersuchungsbericht	10
Anhang A (informativ) Trennung der Phosphonate von anderen störenden Ionen in einem Standardgemisch	11
Anhang B (informativ) Ergebnisse des Ringversuchs	12
B.1 Ringversuch	12
B.2 Statistische Ergebnisse der Bestimmung von Phosphonaten	12
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	14
Literaturhinweise	15

Bilder

Bild A.1 — Chromatogramm von Phosphonaten, Chloriden, Nitraten, Sulfaten und Phosphaten in einem Standardgemisch bei einer Konzentration von 10 mg/l	11
---	----

Tabellen

Tabelle 1 — Beispiel für die Herstellung typischer Kalibrierlösungen	7
Tabelle 2 — Beispiel für typische Einstellungen einer IC-CD-Geräteausstattung	8
Tabelle B.1 — Für den Ringversuch ausgewählte Proben	12
Tabelle B.2 — Bestimmung von Phosphonaten	12
Tabelle ZA.1 — Zusammenhang zwischen dieser Europäischen Norm und der Verordnung (EU) 2019/1009	14

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN 17705:2023) 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 17705:2022 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.

Die Erarbeitung dieses Dokuments beruht auf einem Normungsauftrag in Bezug auf Düngemittel (M/564), der CEN von der Europäischen Kommission und der Europäischen Freihandelszone bezüglich der Entwicklung der Verfahren zur Analyse von Düngemitteln im Rahmen der Verordnung (EU) 2019/1009 erteilt wurde.

Dieses Dokument beschreibt eine Extraktion und Messung zur Bestimmung von Phosphonat (Phosphit) in Pflanzen-Biostimulanzien. Es beruht auf einer Wasserextraktion des Phosphonats (Phosphits) mit anschließender Ionenchromatographie mit Leitfähigkeitsnachweis (IC-CD).

Das Verfahren der Ionenchromatographie mit einem Leitfähigkeitsdetektor (IC-CD) kann in gut ausgestatteten analytischen Laboren zur Bestimmung verschiedener Ionen eingesetzt werden. Im Bereich der Düngemittelprodukte wird das Verfahren zur Bestimmung von Perchloraten in mineralischen Düngemitteln angewendet und standardisiert. Mit dem IC-CD-Verfahren können mehrere Ionen gleichzeitig bestimmt werden.

Der gesetzliche Grenzwert für den Phosphonat-Gehalt ist 0,5 % (Massenanteil) und das in diesem Dokument beschriebene Verfahren wurde angepasst, um diese Anforderung zu erreichen und zugleich die Störungen durch andere, mitextrahierte Anionen so weit wie möglich zu vermindern.

Die Definition für Phosphonate ist in der Verordnung (EU) 2019/1009 nicht eindeutig formuliert, und zur Vermeidung von Missverständnissen werden die Ergebnisse als Gehalt an Phosphor (P), gebunden in Form von freien wasserlöslichen Phosphonaten (P-PO₃), angegeben.

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 unerlässlich, dass nach diesem Dokument durchgeführte Prüfungen von entsprechend geschultem Personal durchgeführt werden.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt ein Verfahren zur Extraktion und Bestimmung von Phosphonaten (P-PO_3) in Pflanzen-Biostimulanzien mit Ionenchromatographie und Leitfähigkeitsnachweis (IC-CD) fest.

Dieses Dokument ist 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 darf der Anwender entweder die vorliegende Norm oder die für den/die anderen Bestandteil(e) anwendbare(n) Norm(en) verwenden.

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 17704:—¹, *Pflanzen-Biostimulanzien — Bestimmung der Trockenmasse*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

3.1

Phosphonate

Salze der Phosphonsäure (H_3PO_3)

4 Kurzbeschreibung

Eine repräsentative Prüfmenge der Probe wird mit Wasser extrahiert. Im Extrakt vorhandenes Phosphonat wird selektiv durch Ionenchromatographie (IC) von anderen Verbindungen getrennt und mit einem Leitfähigkeitsdetektor (en: conductivity detector, CD) bestimmt. Für die quantitative Bestimmung der Menge an Phosphonat wird die externe Kalibrierung angewendet.

5 Reagenzien

Alle Reagenzien müssen von anerkannter Analysenreinheit sein. Die Konzentration von Phosphonat in den verwendeten Reagenzien und dem deionisierten Wasser muss hinreichend gering sein, um die Ergebnisse der Bestimmung nicht zu beeinflussen.

5.1 Wasser, mit einer spezifischen Leitfähigkeit von höchstens 0,2 mS/m bei 25 °C.

5.2 Phosphonat-Standard-Stammlösung, $r(\text{P-PO}_3) = 1\,000\text{ mg/l}$, wird durch Auflösen des im Handel erhältlichen dibasischen Natriumphosphit-Pentahydrat-Salzes ($M_w = 216,04\text{ mol/l}$, Reinheit $\geq 98\%$) hergestellt. Zur Herstellung der Phosphonat-Standard-Stammlösung werden $0,697\text{ g} \pm 0,001\text{ g}$ abgewogen und in einen 100-ml-Messkolben überführt, es wird mit deionisiertem Wasser (5.1) auf das Endvolumen aufgefüllt und gründlich gemischt.

5.3 Phosphonat-Standardlösung, $r(\text{P-PO}_3) = 100\text{ mg/l}$, wird aus einer Standard-Stammlösung (5.2) durch geeignete Verdünnung mit deionisiertem Wasser (5.1) hergestellt. 10 ml der Stammlösung (5.2) werden in einen 100-ml-Messkolben pipettiert, es wird mit deionisiertem Wasser (5.1) auf das Endvolumen aufgefüllt und gründlich gemischt.

1 In Vorbereitung.

5.4 Mobile Phase, KOH-Kartusche für Ionenchromatographie (im Handel erhältlich). Die Konzentration der mobilen KOH-Phase wird elektrolytisch im extern zugeführten deionisierten Wasser (5.1) erzeugt.

Es dürfen auch verschiedene, den Anweisungen des Säulenherstellers entsprechende mobile Phasen verwendet werden.

5.5 Chlorid-Standard, $r(\text{Cl}^-) = 1\,000\text{ mg/l}$ – im Handel erhältlich.

5.6 Nitrat-Standard, $r(\text{NO}_3^-) = 1\,000\text{ mg/l}$ – im Handel erhältlich.

5.7 Lösung zur Überprüfung der chromatographischen Trennung, $r(\text{P-PO}_3) = 10\text{ mg/l}$, $r(\text{Cl}^- \text{ und } \text{NO}_3^-) = 50\text{ mg/l}$, wird durch Pipettieren von 1 ml Phosphonat-Standard-Stammlösung (5.2), 5 ml Chlorid-Standard (5.5), 5 ml Nitrat-Standard (5.6) in einen 100-ml-Messkolben und Auffüllen bis zum Endvolumen mit deionisiertem Wasser (5.1) hergestellt.

6 Geräte

6.1 Übliche Laborgeräte aus Glas und Kunststoff.

6.2 Labormühle, geeignet zum Mahlen bis zu einer Partikelgröße kleiner als 0,5 mm.

6.3 Analysenwaage, Fehlergrenze $\leq 1\text{ mg}$.

6.4 Schüttler, Rotations- oder Horizontalschüttler. Durch das Schütteln muss das Absetzen der Probe während der Extraktion verhindert werden.

6.5 Extraktionsgefäße, Nennvolumen 200 ml bis 500 ml.

6.6 Zentrifuge (optional), mindestens $4\,000\text{ min}^{-1}$ (etwa $2\,000\text{ g}$).

6.7 Einweg-Spritzenfilter ($0,22\text{ }\mu\text{m}$) **oder Fläschchen mit Filtern** zum Filtrieren der Messlösungen vor der Analyse.

6.8 Ionenchromatograph, mit Leitfähigkeitsdetektor (IC-CD).

Für ein geringeres Signal-Rauschen wird bevorzugt ein Leitfähigkeitsdetektor mit Suppressor verwendet.

6.9 Anionenaustausch-Chromatographiesäule, geeignet für die selektive Trennung von Phosphonaten von anderen Anionen, die in der Probe vorhanden sind.

Eine Vorsäule wird zur Verlängerung der Lebensdauer der analytischen Trennsäule empfohlen.

Andere von einem Hersteller empfohlene Säulen dürfen auch verwendet werden, vorausgesetzt sie führen zu vergleichbaren Ergebnissen.

7 Probenahme

Probenahme und Vorbereitung der Untersuchungsprobe sind nicht Gegenstand dieses Verfahrens. Ein empfohlenes Verfahren der Probenahme ist in EN 17702-1² angegeben, und ein empfohlenes Verfahren der Probenvorbereitung ist in EN 17702-2³ angegeben.

² In Vorbereitung.

³ In Vorbereitung.

8 Durchführung

8.1 Probenvorbereitung

Feste Proben werden mit einer Labormühle (6.2) gemahlen und homogenisiert, falls erforderlich. Eine übermäßige Erwärmung während der Probenvorbehandlung sollte vermieden werden. Flüssige Proben werden vor der Einwaage der Prüfmenge homogenisiert.

8.2 Wassereextraktion

Eine Prüfmenge von etwa 10 g einer Untersuchungsprobe wird auf 1 mg in ein Extraktionsgefäß eingewogen und (100 ± 1) ml deionisiertes Wasser (5.1) werden hinzugegeben. Die dicht verschlossenen Gefäße werden dann in einen Schüttler (6.4) gestellt und die Proben werden (60 ± 5) min extrahiert. Nach dem gleichen Verfahren wie für die Proben wird eine Blindwertlösung hergestellt.

Für stark Wasser absorbierende und gelbildende Proben werden bevorzugt nur 2 g Probe und 100 ml deionisiertes Wasser (5.1) bei der Extraktion eingesetzt.

ANMERKUNG 1 Bei stark inhomogenen Proben ist es möglich eine Prüfmenge von 25 g und ein Volumen deionisiertes Wasser (5.1) von 250 ml zu verwenden. In diesem Fall werden nur Extraktionsgefäße mit einem Nennvolumen von 500 ml verwendet, um eine effektive Extraktion sicherzustellen.

ANMERKUNG 2 Bei Proben, die sich in deionisiertem Wasser (5.1) vollständig auflösen, wird die Auflösung statt der Extraktion angewendet.

Nach der Extraktion wird der vollständige Extrakt vorsichtig in einen 200-ml-Messkolben überführt und mit deionisiertem Wasser (5.1) bis auf das Endvolumen aufgefüllt. Ein Aliquot des Extraktes wird dann aus dem Messkolben in ein Zentrifugenröhrchen überführt und 10 min bei $4\,000\text{ min}^{-1}$ zentrifugiert. Der Überstand wird anschließend mit deionisiertem Wasser (5.1) verdünnt. Die optimale Verdünnung wird entsprechend der Struktur der Biostimulanzienprobe und ihres Trockenmassegehalts gewählt. Abschließend wird 1 ml des verdünnten Extraktes durch ein Spritzenfilter (6.7) in ein sauberes Fläschchen filtriert.

8.3 Herstellung der Kalibrierlösungen

Es werden eine Blindwert-Kalibrierlösung sowie mindestens drei Kalibrier-Standardlösungen im linearen Kalibrierbereich hergestellt; dazu wird die Standardlösung (5.3) mit deionisiertem Wasser (5.1) verdünnt. Für die Kalibrierstandards werden die Konzentrationen (0; 0,5; 1; 2,5; 5; 10 und 20) mg/l empfohlen. Die Kalibrierlösungen werden nach Tabelle 1 hergestellt. Vor der Analyse wird ein Aliquot der Kalibrierlösungen in Chromatographiefläschchen überführt.

Tabelle 1 — Beispiel für die Herstellung typischer Kalibrierlösungen

Endkonzentration der Kalibrierlösung $r(\text{P-PO}_3)$ mg/l	Anteil der Phosphonat-Standardlösung $r(\text{P-PO}_3) = 100\text{ mg/l}$ ml	Endvolumen ml
0	0	100
0,5	0,5	100
1	1	100
2,5	2,5	100
5	5	100
10	10	100