

Version Française

Biostimulants des végétaux - Dosage de l'arsenic inorganique

Biostimulanzien für die pflanzliche Anwendung -
Bestimmung von anorganischem Arsen

Plant biostimulants - Determination of inorganic
arsenic

La présente Spécification technique (CEN/TS) a été adoptée par le CEN le 3 janvier 2022 pour application provisoire.

La période de validité de cette CEN/TS est limitée initialement à trois ans. Après deux ans, les membres du CEN seront invités à soumettre leurs commentaires, en particulier sur l'éventualité de la conversion de la CEN/TS en Norme européenne.

Il est demandé aux membres du CEN d'annoncer l'existence de cette CEN/TS de la même façon que pour une EN et de rendre cette CEN/TS rapidement disponible. Il est admis de maintenir (en parallèle avec la CEN/TS) des normes nationales en contradiction avec la CEN/TS en application jusqu'à la décision finale de conversion possible de la CEN/TS en EN.

Les membres du CEN sont les organismes nationaux de normalisation des pays suivants: Allemagne, Autriche, Belgique, Bulgarie, Chypre, Croatie, Danemark, Espagne, Estonie, Finlande, France, Grèce, Hongrie, Irlande, Islande, Italie, Lettonie, Lituanie, Luxembourg, Malte, Norvège, Pays-Bas, Pologne, Portugal, République de Macédoine du Nord, République de Serbie, République Tchèque, Roumanie, Royaume-Uni, Slovaquie, Slovénie, Suède, Suisse et Turquie.



COMITÉ EUROPÉEN DE NORMALISATION
EUROPÄISCHES KOMITEE FÜR NORMUNG
EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION

CEN-CENELEC Management Centre: Rue de la Science 23, B-1040 Bruxelles

Sommaire

	Page
Avant-propos européen	3
Introduction	4
1 Domaine d'application	5
2 Références normatives	5
3 Termes et définitions.....	5
4 Principe.....	6
5 Réactifs.....	6
6 Appareillage	8
7 Échantillonnage	9
8 Mode opératoire	9
8.1 Préparation des échantillons.....	9
8.2 Extraction au bain-marie.....	9
8.3 Préparation des solutions d'étalonnage.....	9
8.4 Mesurage	9
9 Calcul et expression des résultats.....	12
9.1 Intégration des pics	12
9.2 Calcul de la teneur en arsenic inorganique dans les échantillons	12
10 Rapport d'essai	12
Annexe A (informative) Exemples de séparation chromatographique type	14
Bibliographie	18

Avant-propos européen

Le présent document (CEN/TS 17706:2022) a été élaboré par le Comité Technique CEN/TC 455 « Biostimulants des végétaux », dont le secrétariat est tenu par AFNOR.

L'attention est attirée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. Le CEN ne saurait être tenu pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

Le présent document a été élaboré dans le cadre d'une demande de normalisation confiée au CEN par la Commission européenne et l'Association européenne de libre-échange.

Il convient que l'utilisateur adresse tout retour d'information et toute question concernant le présent document à l'organisme national de normalisation de son pays. Une liste exhaustive desdits organismes se trouve sur le site web du CEN.

Selon le Règlement Intérieur du CEN-CENELEC les instituts de normalisation nationaux des pays suivants sont tenus de mettre cette Norme européenne en application : Autriche, Belgique, Bulgarie, Croatie, Chypre, République tchèque, Danemark, Estonie, Finlande, France, Allemagne, Grèce, Hongrie, Islande, Irlande, Italie, Lettonie, Lituanie, Luxembourg, Malte, Pays-Bas, Norvège, Pologne, Portugal, République de Macédoine du Nord, Roumanie, Serbie, Slovaquie, Slovénie, Espagne, Suède, Suisse, Turquie et Royaume-Uni.

Introduction

Le présent document a été préparé par les experts du CEN/TC 455 « Biostimulants des végétaux ». Le Comité européen de normalisation (CEN) est invité par la Commission européenne (CE) à élaborer des propositions de normes européennes ou des documents normatifs européens, dans le but de soutenir la mise en œuvre du règlement (UE) 2019/1009 du 5 juin 2019 établissant les règles relatives à la mise à disposition sur le marché des fertilisants UE (« FPR » ou règlement « Fertilisants »).

Cette demande de normalisation, présentée comme M/564, contribue également à la Communication « Innovating for Sustainable Growth: A Bio economy for Europe ». Le groupe de travail 4 « Autres paramètres d'innocuité » a été créé pour développer un programme de travail dans le cadre de cette demande. Le comité technique CEN/TC 455 « Biostimulants des végétaux » a été établi pour mettre en œuvre le programme de travail consistant à élaborer une série de normes. L'intérêt porté aux biostimulants s'est nettement accru en Europe car il s'agit d'une biomasse d'intérêt utilisable en agriculture. La normalisation a été identifiée comme jouant un rôle important dans la promotion de l'utilisation des biostimulants. Les travaux du CEN/TC 455 visent à améliorer la fiabilité de la chaîne d'approvisionnement, et donc la confiance des agriculteurs, de l'industrie et des consommateurs dans les biostimulants, et ils vont promouvoir et soutenir la commercialisation des biostimulants au niveau européen. Le présent document a été élaboré dans le cadre d'une demande de normalisation (Mandat M/564) confiée au CEN par la Commission européenne et l'Association européenne de libre-échange concernant la modernisation des méthodes d'analyse des fertilisants dans le cadre du Règlement (UE) 2019/1009 du Parlement européen et du Conseil.

Le présent document décrit le mode opératoire d'extraction et de mesurage pour le dosage de l'arsenic inorganique dans les biostimulants des végétaux. La norme repose sur une extraction oxydative modérée à l'acide des espèces d'arsenic, suivie d'une chromatographie en phase liquide à haute performance (HPLC ou IC) couplée à une analyse élémentaire par spectrométrie de masse avec plasma à couplage inductif (ICP-MS) pour déterminer la fraction massique d'arsenic inorganique.

AVERTISSEMENT — Il convient que l'utilisateur du présent document connaisse bien les pratiques courantes de laboratoire. Le présent document n'a pas pour but de traiter de tous les problèmes de sécurité qui sont, le cas échéant, liés à son utilisation. Il incombe à l'utilisateur de la présente norme d'établir des pratiques appropriées en matière de santé et de sécurité, et de s'assurer de la conformité à la réglementation nationale en vigueur.

IMPORTANT — Il est absolument essentiel que les essais réalisés conformément au présent document soient effectués par du personnel ayant suivi une formation appropriée.

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie une méthode d'extraction, de séparation et de dosage de l'arsenic inorganique (iAs) dans les biostimulants des végétaux par chromatographie liquide haute performance (HPLC) ou chromatographie ionique (IC) couplée à une ICP-MS.

Le présent document est également applicable aux mélanges de fertilisants dans lesquels les biostimulants des végétaux représentent la majorité du mélange. Dans le cas contraire, c'est la Spécification technique correspondant au fertilisant majoritairement présent dans le mélange qui s'applique.

2 Références normatives

Le document suivant est cité dans le texte de sorte qu'il constitue, pour tout ou partie de son contenu, des exigences du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

CEN/TS 17704, *Biostimulants des végétaux* — Détermination de la matière sèche

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions suivants s'appliquent.

3.1

analyte

paramètre à déterminer

3.2

blanc d'étalonnage

solution préparée de la même manière que la solution d'étalonnage, mais n'intégrant toutefois pas les analytes

3.3

essai à blanc

solution préparée de la même manière que la solution d'échantillon pour essai, sans la prise d'essai

3.4

solution d'étalonnage

solution utilisée pour étalonner l'instrument, préparée à partir de solutions mères, en y ajoutant des acides, une solution tampon, un élément de référence et des sels, en fonction des besoins

3.5

solution mère

solution dont la/les concentration(s) en analytes est/sont connue(s) avec exactitude, préparée à partir de produits chimiques purs

4 Principe

Le présent document décrit une méthode de dosage de l'arsenic inorganique dans les biostimulants des végétaux. L'arsenic inorganique est composé d'arsénite As(III) et d'arséniate As(V). Une prise d'essai représentative de l'échantillon est traitée avec une solution diluée d'acide nitrique et de peroxyde d'hydrogène dans un bain-marie chauffé. L'échantillon est ainsi solubilisé, les espèces de l'arsenic sont extraites en solution et l'As(III) est oxydé en As(V). L'arsenic inorganique est séparé sélectivement des autres composés d'arsenic par HPLC (chromatographie en phase liquide à haute performance) échangeuse d'anions couplée à un analyseur élémentaire par ICP-MS (spectrométrie de masse avec plasma à couplage inductif) pour déterminer la fraction massique de l'arsenic inorganique. L'étalonnage externe avec des étalons solvants avec adaptation matricielle est utilisée pour quantifier l'arsenic inorganique. Sinon, une IC (chromatographie ionique) couplée à une ICP-MS peut être utilisée.

Un dosage préliminaire de l'arsenic total dans des extraits d'eau régale par ICP-AES (CEN/TS 17701-1 et CEN/TS 17701-2) pourrait réduire le nombre d'échantillons dans lesquels le dosage de l'iAs est nécessaire. En effet, si la teneur en arsenic extractible (total) de l'eau régale est inférieure à la limite réglementaire relative à l'iAs, le dosage de l'iAs n'est pas nécessaire.

5 Réactifs

Lorsqu'on utilise une méthode à haute sensibilité telle que l'ICP-MS et la HPLC, il est très important de contrôler les niveaux de blanc de l'eau, de l'acide et des autres réactifs. Les réactifs doivent être de pureté adéquate et de qualité analytique reconnue. La concentration des espèces d'arsenic dans les réactifs et l'eau utilisés doit être négligeable et suffisamment faible pour ne pas affecter les résultats du dosage. Il est recommandé d'utiliser de l'eau ultra-pure provenant d'un système de purification et de l'acide nitrique de qualité analytique au minimum.

5.1 Eau, ayant une conductivité électrique inférieure ou égale à 0,1 mS/m à 25 °C, et une résistivité supérieure à 18,2 MΩ·cm.

5.2 Acide nitrique (HNO₃), concentré, ≥ 65 % (fraction massique), concentration massique d'environ ρ (HNO₃) 1,4 g/ml.

Utiliser uniquement l'acide nitrique disponible de haute pureté (qualité analytique au minimum) pour éviter tout risque de contamination.

5.3 Peroxyde d'hydrogène, H₂O₂, ≥ 30 % (fraction massique).

Une haute pureté est essentielle pour éviter tout risque de contamination. Avant utilisation, il convient d'évaluer la contamination en arsenic du peroxyde d'hydrogène disponible dans le commerce et destiné à l'analyse. Il est nécessaire d'empêcher la dégradation du peroxyde et de s'assurer de la stabilité de la solution.

5.4 Solution d'extraction, 0,1 mol/l de HNO₃ dans 3 % (V/V) de H₂O₂.

Dans une fiole jaugée de 1 000 ml contenant 800 ml d'eau (5.1), ajouter 6,5 ml de HNO₃ (5.2) puis 100 ml de peroxyde d'hydrogène (5.3). Compléter jusqu'au trait avec de l'eau (5.1). Cette solution est préparée le jour de son utilisation.

Il est recommandé d'estimer le volume total nécessaire pour l'analyse et de ne produire que cette quantité le jour de l'utilisation.