

Mai 2023

ICS 65.080

Destiné à remplacer l' CEN/TS 17706:2022

Version Française

Biostimulants des végétaux - Dosage de l'arsenic inorganique

Pflanzen-Biostimulanzien - Bestimmung von anorganischem Arsen

Plant biostimulants - Determination of inorganic arsenic

Le présent projet de Norme européenne est soumis aux membres du CEN pour enquête. Il a été établi par le Comité Technique CEN/TC 455.

Si ce projet devient une Norme européenne, les membres du CEN sont tenus de se soumettre au Règlement Intérieur du CEN/CENELEC, qui définit les conditions dans lesquelles doit être attribué, sans modification, le statut de norme nationale à la Norme européenne.

Le présent projet de Norme européenne a été établi par le CEN en trois versions officielles (allemand, anglais, français). Une version dans une autre langue faite par traduction sous la responsabilité d'un membre du CEN dans sa langue nationale et notifiée au Centre de Gestion du CEN-CENELEC, a le même statut que les versions officielles.

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.

Les destinataires du présent projet sont invités à présenter, avec leurs observations, notifications des droits de propriété dont ils auraient éventuellement connaissance et à fournir une documentation explicative.

Avertissement : Le présent document n'est pas une Norme européenne. Il est diffusé pour examen et observations. Il est susceptible de modification sans préavis et ne doit pas être cité comme Norme européenne



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	5
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 de calibration	9
8.4	Mesurage	9
8.4.1	Conditions générales relatives aux instruments	9
8.4.2	Mesurage de l'arsenic inorganique par HPLC-ICP/MS	10
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	13
Annexe A (informative) Exemples de séparation chromatographique type		14
Annexe B (informative) Résultats de l'étude interlaboratoires		18
B.1	Essais interlaboratoires	18
B.2	Résultats statistiques pour le dosage de l'arsenic inorganique	18
Annexe ZA (informative) Relation entre la présente Norme européenne et les exigences essentielles concernées du Règlement (UE) 2019/1009 établissant les règles relatives à la mise à disposition sur le marché des fertilisants UE		20
Bibliographie		21

Avant-propos européen

Le présent document (prEN 17706:2023) a été élaboré par le comité technique CEN/TC 455 « Biostimulants des végétaux », dont le secrétariat est tenu par AFNOR.

Ce document est actuellement soumis à l'Enquête CEN.

Le présent document est destiné à remplacer la CEN/TS 17706:2022.

Le présent document a été élaboré en réponse à une demande de normalisation soumise au CEN par la Commission européenne et l'Association européenne de libre-échange et vient à l'appui des exigences essentielles de la (de) Directive(s) / Règlement(s) UE.

Pour la relation avec la ou les Directives / le ou les Règlements UE, voir l'Annexe ZA, informative, qui fait partie intégrante du présent document.

Introduction

Le présent document a été élaboré par les experts du CEN/TC 455 « Biostimulants des végétaux ». Le comité européen de normalisation (CEN) a été invité par la Commission européenne (CE) à élaborer des normes ou des documents normatifs européens pour venir à l'appui de 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 (dit « FPR » ou « Règlement sur les fertilisants »).

Cette demande de normalisation, présentée sous la référence M/564 et M/564 Amd1, contribue également à la Communication intitulée « L'innovation au service d'une croissance durable : une bioéconomie pour l'Europe ». Le Groupe de travail 4 « Autres paramètres d'innocuité » a été créé pour définir un programme de travail dans le cadre de cette demande. Le comité technique CEN/TC 455 « Biostimulants des végétaux » a été chargé de mener à bien le programme de travail qui aboutira à l'élaboration d'une série de normes. L'intérêt pour les biostimulants s'est considérablement accru en Europe étant donné leur utilité dans le secteur de l'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 par là même à renforcer 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 engrais dans le cadre du Règlement (UE) 2019/1009 du Parlement européen et du Conseil.

Le présent document décrit un 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 (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'iAs.

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

IMPORTANT — Il est absolument essentiel que les essais menés conformément au présent document soient réalisés par un personnel dûment formé.

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 en phase liquide haute performance (HPLC) avec échange d'anions ou par chromatographie ionique (IC) couplée à une ICP-MS. Le présent document est applicable aux mélanges de fertilisants appartenant à la catégorie PFC 7, dans lesquels le fertilisant UE biostimulant des végétaux contenu dans le mélange représente le % le plus élevé en masse dans le mélange. Dans le cas où les proportions sont égales, l'utilisateur peut appliquer la présente norme ou la ou les normes applicables aux autres produits constituants.

2 Références normatives

Les documents suivants cités dans le texte constituent, pour tout ou partie de leur 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).

EN 17704:—¹, *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

solution de calibration à blanc

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

3.3

solution d'essai à blanc

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

3.4

solution de calibration

solution utilisée pour calibrer 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'arséniat 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

¹ En cours d'élaboration

autres composés d'arsenic par HPLC (chromatographie en phase liquide haute performance) avec échange 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. La calibration 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 à l'eau régale par ICP-AES (EN 17701-1² et EN 17701-2³) pourrait réduire le nombre d'échantillons pour lesquels le dosage de l'iAs est nécessaire, car si la teneur en arsenic extractible (total) à l'eau régale est inférieure à la limite législative de l'iAs, alors 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 ultrapure 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 d'assurer la stabilité de la solution. La qualité adéquate du H₂O₂ utilisé est laissée à l'appréciation de la personne chargée de l'analyse.

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.

5.5 Carbonate d'ammonium, (NH₄)₂CO₃, fraction massique w ≥ 99,999 %, pour la préparation de la solution de phase mobile.

5.6 Ammoniac aqueux, (NH₃(aq).) w ≥ 25 %, pour l'ajustement du pH dans la phase mobile.

5.7 Méthanol, (CH₃OH), de qualité HPLC, pour la préparation de la solution de phase mobile.

² En cours d'élaboration

³ En cours d'élaboration