

ČESKÁ TECHNICKÁ NORMA

ICS 13. 060. 01

Srpen 1998

Jakost vod - Stanovení vybraných polycyklických aromatických uhlovodíků (PAU) - Metoda HPLC s fluorescenčním, a metoda GC s hmotnostním detektorem

ČSN 75 7554

Water quality - Determination of selected polynuclear aromatic hydrocarbons (PAH) - HPLC (FLD) and GC (MSD) methods

Qualité de l'eau - Dosage de hydrocarbures aromatiques polycycliques selectée, (HAP) - Méthodes par CPLHP (FLD) et GC (MSD)

Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von ausgewählten polyzyklischen aromatischen Kohlenwasserstoffen (PAK) HPLC (FLD) und GC (MSD) Methoden

Nahrazení předchozích norem

Touto normou se nahrazuje ČSN 75 7554 ze 29. 3. 1991.

© Český normalizační institut, 1998

Podle zákona č. 22/1997 Sb. smějí být české technické normy rozmnožovány a rozšiřovány jen se souhlasem Českého normalizačního institutu.

52312

ČSN 75 7554

Obsah

Strana Předmluva.....	2
0 Úvod.....	3
1 Předmět normy.....	3
2 Normativní odkazy.....	4
3 Termíny a definice.....	4
4 Podstata zkoušky.....	4
5 Rušivé vlivy.....	4
6 Chemikálie.....	5
7 Přístroje a pomůcky.....	6

8	Odběr, úprava a konzervace vzorků.....	8
9	Postup zkoušky.....	8
10	Chromatografické stanovení.....	10
10.1	Postup A (HPLC, FLD).....	10
10.2	Postup B (GC, MSD)	10
11	Kalibrace.....	10
12	Identifikace.....	13
13	Vyhodnocování.....	13
14	Vyjadřování výsledků.....	14
15	Shodnost.....	14
16	Protokol o zkoušce.....	15
	Příloha A (informativní) Literatura.....	16
	Příloha B (informativní) Příklady chromatografických podmínek stanovení PAU.....	17
	Příloha C (informativní) Řízení jakosti (QC) [2, 4].....	18
	Příloha D (informativní) Údaje o shodnosti.....	19

Předmluva

Změny proti předchozí normě

V normě je rozšířen počet stanovitelných PAU na šest, zpřesněna a doplněna metodika zvláště se zřetelem na rušivé vlivy, předběžnou úpravu vzorků, kalibraci a požadavky na řízení jakosti včetně údajů o shodnosti.

Souvisící ČSN

ČSN 01 8003 Zásady pro bezpečnou práci v chemických laboratořích

Obdobné mezinárodní a zahraniční normy

DIN 38 407, T. 8 (1995) Bestimmung von 6 polycyklischen aromatischen Kohlenwasserstoffen (PAK) in Wasser mittels Hochleistungs-Flüssigkeitschromatographie (HPLC) mit Fluoreszenzdetektion (Stanovení 6 polycyklických aromatických uhlovodíků (PAU) ve vodě vysokoúčinnostní kapalinovou chromatografií (HPLC) s fluorescenční detekcí)

Vypracování normy

Zpracovatel: Hydroprojekt, a. s., IČO 452 74 576, Ing. Jiří Dalešický; Státní zdravotní ústav, Praha, IČO 023795, Ing. Eva Břízová, CSc.

Technická normalizační komise: TNK 104 Jakost vod

ČSN 75 7554

0 Úvod

Polycyklické aromatické uhlovodíky (PAU) patří k velké skupině látek, jejichž molekulární strukturu tvoří dvě a více kondenzovaných aromatických jader. PAU jsou často vedlejšími produkty zpracování nebo spalování ropy.

Vyskytují se téměř ve všech vodách buď nerozpuštěné, adsorbované na tuhých látkách (sedimentů, suspenzí), nebo v rozpuštěné formě. Řada těchto sloučenin působí karcinogenně v relativně nízkých koncentracích. Přestože jsou poměrně velmi málo rozpustné, musí být zejména v pitných, ale i v povrchových vodách sledovány právě pro jejich vysoce nebezpečné zdravotní účinky.

Stanovení šesti vybraných PAU touto metodou lze použít i jako ukazatel přítomnosti řady dalších PAU v některých povrchových a vyčištěných odpadních vodách.

UPOZORNĚNÍ - Zvláštní pozornost musí být věnována práci s tuhými porovnávacími látkami, roztoky standardů a s extrakty PAU, které nesmí nikdy přijít do styku s pokožkou. Znečištění laboratorního skla PAU se prokazuje ozářením ultrafialovým světlem (366 nm). Baňky nebo vialky s PAU se uchovávají v kádinkách vystlaných vatou pro případ náhodného úniku. Doporučuje se pokud možno pracovat s komerčně dostupnými standardními roztoky PAU. Pokud se připravují zásobní standardní roztoky těchto sloučenin z tuhých preparátů, musí se pracovat v digestoři a důsledně zachovávat bezpečnostní opatření (užití ochranných prostředků dýchacích orgánů, rukavice atd.). Roztoky rozpouštědel obsahující PAU se likvidují postupem předepsaným pro karcinogeny.

Používaná rozpouštědla jako methanol, acetonitril atd. jsou toxické hořlaviny. Při práci s nimi je nutno dodržovat příslušná bezpečnostní opatření.

Je bezpodmínečně nutné, aby s uvedenými metodami pracovali zkušení a kvalifikovaní analytici dokonale obeznámení s chromatografickou technikou, se zásadami správné laboratorní činnosti, zabezpečování jakosti (QA) a řízení jakosti (QC).

1 Předmět normy

1.1 Rozsah platnosti

Tato norma platí pro stanovení šesti vybraných toxikologicky nejznámějších PAU [fluoranthen, benzo(a)pyren, benzo(b)fluoranthen, benzo(k)fluoranthen, benzo(ghi)perylene a indeno(1, 2, 3-cd)pyren] buď:

A) vysokoúčinnou kapalinovou chromatografií (HPLC) s fluorescenčním detektorem (FLD), nebo

B) plynovou chromatografií (GC) s hmotnostním detektorem (MSD) po extrakci kapalina-kapalina, nebo po extrakci do tuhé fáze (SPE).

1.2 Charakteristiky stanovovaných PAU

Fluoranthen, FLU, (C₁₆H₁₀); CAS 206-44-0; M = 202, 16 g/mol; 95, 0 % C; b. t. 111 °C; b. v. 375 °C; rozp. 0, 26 mg/l; *)

Benzo(a)pyren, BaP, (C₂₀H₁₂); CAS 50-32-8; M = 252, 32 g/mol; 95, 2 % C; b. t. 177 °C; b. v. 495 °C; rozp. 3, 8 µg/l;

Benzo(b)fluoranthen, BbF, (C₂₀H₁₂); CAS 205-99-2; M = 252, 32 g/mol; 95, 2 % C; b. t. 168 °C;

Benzo(k)fluoranthen, BkF, (C₂₀H₁₂); CAS 207-08-9; M = 252, 32 g/mol; 95, 2 % C; b. t. 217 °C;

Benzo(ghi)perylen, BP, (C₂₂H₁₂); CAS 191-24-2; M = 276, 34 g/mol; 95, 6 % C; rozp. 2, 6 mg/l;

Indeno(1, 2, 3-cd)pyren, IP, (C₂₂H₁₂); CAS 193-39-05; M = 276, 34 g/mol;

*) M - molární hmotnost; C - uhlík; b. t. - bod tání; b. v. - bod varu; rozp. - rozpustnost ve vodě (20 °C nebo 25 °C)]; CAS - registrační číslo služeb Chemických abstrakt U. S. (viz též [1])

3

ČSN 75 7554

1. 3 Rozsah užití

Popsanými metodami lze stanovit vybrané PAL) v pitné, podzemní, povrchové (surové) a ve vyčištěné odpadní vodě řádově od ng/l výše. Analyzuje se celý vzorek, tj. včetně nerozpuštěných látek.

Hodnoty meze detekce (MD)**> PAU stanovovaných postupem A (HPLC, FLD) se pohybují asi od 1 ng/l do 2 ng/l. MD stanovení postupem B (GC, MSD) je asi o řád vyšší. Citlivost stanovení (tj. poměr odezvy přístroje ke koncentraci) závisí na použitém přístroji, uspořádání a režimu chromatografického dělení.

4