

ČESKÁ TECHNICKÁ NORMA

ICS 13.060.50 **Listopad 2012**

Kvalita vod - Stanovení rtuti - Metoda atomové absorpční spektrometrie (AAS) po zkoncentrování a bez něj

ČSN
EN ISO 12846
75 7439

idt ISO 12846:2012

Water quality - Determination of mercury - Method using atomic absorption spectrometry (AAS) with and without enrichment

Qualité de l'eau - Dosage du mercure - Méthode par spectrométrie d'absorption atomique (SAA) avec et sans enrichissement

Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von Quecksilber - Verfahren mittels Atomabsorptionsspektrometrie (AAS) mit und ohne Anreicherung

Tato norma je českou verzí evropské normy EN ISO 12846:2012. Překlad byl zajištěn Úřadem pro technickou normalizaci, metrologii a státní zkušebnictví. Má stejný status jako oficiální verze.

This standard is the Czech version of the European Standard EN ISO 12846:2012. It was translated by the Czech Office for Standards, Metrology and Testing. It has the same status as the official version.

Nahrazení předchozích norem

Touto normou se nahrazuje ČSN EN 1483 (75 7439) z října 2007 a ČSN EN 12338 (75 7441) z října 1999.

Národní předmluva

Změny proti předchozím normám

Normy byly technicky revidovány a sloučeny.

Informace o citovaných dokumentech

ISO 3696 zavedena v ČSN ISO 3696 (68 4051) Jakost vody pro analytické účely - Specifikace a zkušební metody

ISO 5667-1 zavedena v ČSN EN ISO 5667-1 (75 7051) Jakost vod - Odběr vzorků - Část 1: Návod pro návrh programu odběru vzorků a pro způsoby odběru vzorků

ISO 5667-3 zavedena v ČSN EN ISO 5667-3 (75 7051) Jakost vod - Odběr vzorků - Část 3: Návod pro

konzervaci vzorků a manipulaci s nimi

ISO 8466-1 zavedena v ČSN ISO 8466-1 (75 7031) Jakost vod – Kalibrace a hodnocení analytických metod a určení jejich charakteristik – Část 1: Statistické hodnocení lineární kalibrační funkce

ISO 8466-2 zavedena v ČSN ISO 8466-2 (75 7031) Jakost vod – Kalibrace a hodnocení analytických metod a odhad jejich charakteristik – Část 2: Kalibrační strategie v případě nelineárních kalibračních funkcí druhého stupně

Vypracování normy

Zpracovatel: Sweco Hydroprojekt a. s., Praha, IČ 26475081, Ing. Lenka Fremrová

Technická normalizační komise: TNK 104 Jakost vod

Pracovník Úřadu pro technickou normalizaci, metrologii a státní zkušebnictví: Ing. Jan Šuser

EVROPSKÁ NORMA EN ISO 12846
EUROPEAN STANDARD
NORME EUROPÉENNE
EUROPÄISCHE NORM Duben 2012

ICS 13.060.50 Nahrazuje EN 12338:1998 a EN 1483:2007

Kvalita vod – Stanovení rtuti – Metoda atomové absorpční spektrometrie (AAS) po zkoncentrování a bez něj
(ISO 12846:2012)

Water quality – Determination of mercury – Method using atomic absorption spectrometry (AAS) with and without enrichment
(ISO 12846:2012)

Qualité de l'eau – Dosage du mercure – Méthode par spectrométrie d'absorption atomique (SAA) avec et sans enrichissement
(ISO 12846:2012)

Wasserbeschaffenheit – Bestimmung von Quecksilber – Verfahren mittels Atomabsorptionsspektrometrie (AAS) mit und ohne Anreicherung
(ISO 12846:2012)

Tato evropská norma byla schválena CEN dne 2012-04-14.

Členové CEN jsou povinni splnit vnitřní předpisy CEN/CENELEC, v nichž jsou stanoveny podmínky, za kterých se musí této evropské normě bez jakýchkoliv modifikací dát status národní normy. Aktualizované seznamy a bibliografické citace týkající se těchto národních norem lze obdržet na vyžádání v Řídicím centru CEN-CENELEC nebo u kteréhokoliv člena CEN.

Tato evropská norma existuje ve třech oficiálních verzích (anglické, francouzské, německé). Verze v každém jiném jazyce přeložená členem CEN do jeho vlastního jazyka, za kterou zodpovídá a kterou notifikuje Řídicímu centru CEN-CENELEC, má stejný status jako oficiální verze.

Členy CEN jsou národní normalizační orgány Belgie, Bulharska, České republiky, Dánska, Estonska, Finska, Francie, Chorvatska, Irska, Islandu, Itálie, Kypru, Litvy, Lotyšska, Lucemburska, Maďarska, Malty, Německa, Nizozemska, Norska, Polska, Portugalska, Rakouska, Rumunska, Řecka, Slovenska, Slovinska, Spojeného království, Španělska, Švédska, Švýcarska a Turecka.

CEN

Evropský výbor pro normalizaci
European Committee for Standardization
Comité Européen de Normalisation
Europäisches Komitee für Normung
Řídicí centrum: Avenue Marnix 17, B-1000 Brusel

© 2012 CEN Veškerá práva pro využití v jakékoli formě a jakýmkoli prostředky Ref. č.
EN ISO 12846:2012 E
jsou celosvětově vyhrazena národním členům CEN.

Předmluva

Tento dokument (EN ISO 12846:2012) vypracovala technická komise ISO/TC 147 *Jakost vod* ve spolupráci s technickou komisí CEN/TC 230 *Rozbor vod*, jejíž sekretariát zajišťuje DIN.

Této evropské normě je nutno nejpozději do října 2012 dát status národní normy, a to buď vydáním identického textu, nebo schválením k přímému používání, a národní normy, které jsou s ní v rozporu, je nutno zrušit nejpozději do října 2012.

Upozorňuje se na možnost, že některé prvky tohoto dokumentu mohou být předmětem patentových práv. CEN [a/nebo CENELEC] nelze činit odpovědným za identifikaci jakéhokoli nebo všech patentových práv.

Tento dokument nahrazuje EN 1483:2007 a EN 12338:1998.

Podle vnitřních předpisů CEN/CENELEC jsou tuto evropskou normu povinny zavést národní normalizační organizace následujících zemí: Belgie, Bulharska, České republiky, Dánska, Estonska, Finska, Francie, Chorvatska, Irska, Islandu, Itálie, Kypru, Litvy, Lotyšska, Lucemburska, Maďarska, Malty, Německa, Nizozemska, Norska, Polska, Portugalska, Rakouska, Rumunska, Řecka, Slovenska, Slovinska, Spojeného království, Španělska, Švédska, Švýcarska a Turecka.

Oznámení o schválení

Text ISO 12846:2012 byl schválen CEN jako EN ISO 12846:2012 bez jakýchkoliv modifikací.

Obsah

Strana

Úvod 6

1 Předmět normy 7

2 Citované dokumenty 7

3 Podstata zkoušky 8

4 Rušivé vlivy 8

5 Odběr a úprava vzorků pitné, povrchové, podzemní a dešťové vody 9

6 Stanovení rtuti po redukci chloridem cínatým a zkoncentrování amalgamací 9

- 6.1 Chemikálie a činidla 9
- 6.2 Přístroje a pomůcky 11
- 6.3 Příprava přístrojů 12
- 6.4 Postup zkoušky 13
- 6.5 Výpočet 13
- 7 Stanovení rtuti po redukci chloridem cínatým bez zkoncentrování 14
 - 7.1 Chemikálie a činidla 14
 - 7.2 Přístroje a pomůcky 14
 - 7.3 Odběr a úprava vzorků pitné, povrchové, podzemní a dešťové vody 14
 - 7.4 Odběr a úprava vzorků odpadní vody 14
 - 7.5 Příprava přístrojů 15
 - 7.6 Postup zkoušky 15
 - 7.7 Výpočet 15
- 8 Vyjadřování výsledků 15
- 9 Protokol o zkoušce 15

Příloha A (informativní) Statistické údaje 16

Bibliografie 18

Úvod

Ve zdrojích přírodních vod se sloučeniny rtuti obecně vyskytují ve velmi malých koncentracích, menších než 0,1 mg/l. Vyšší koncentrace se nacházejí například v průmyslových odpadních vodách. Rtuť se může vyskytovat jak v anorganických, tak v organických sloučeninách. Může se též akumulovat v sedimentech a kalcích.

K dosažení úplného rozkladu všech sloučenin rtuti ve vzorcích, obsahujících nerozpuštěné látky, je nutná digesce (rozklad). Digesci je možno vynechat, jen pokud značný počet údajů z předchozích porovnání ukazuje, že koncentraci rtuti lze stanovit bez této předběžné úpravy.

Pro spolehlivé měření v nízkém koncentračním rozsahu je nutno zajistit chemikálie nejvyšší čistoty, čisté nádoby, ovzduší laboratoře bez rtuti a velmi stabilní měřicí systém.

Tato norma je nejnovější revizí dostupných norem pro stanovení rtuti metodou AAS se zkoncentrováním a bez něj, spojující výhody stávajících metod s novým vývojem a technikou. Jsou brány v úvahu tyto metody:

A) Metody bez zkoncentrování:

- ISO 5666:1999 Kvalita vod – Stanovení rtuti;
- EN 1483:2007 Kvalita vod – Stanovení rtuti – Metoda atomové absorpční spektrometrie.

B) Metody se zkoncentrováním:

- ISO 16590:2000 Kvalita vod – Stanovení rtuti – Metody zahrnující zkoncentrování amalgamací;
- EN 12338:1998 Kvalita vod – Stanovení rtuti – Metody po zkoncentrování amalgamací.

UPOZORNĚNÍ Bromičnan draselný používaný v této normě ve významných množstvích ke konzervaci vzorku je karcinogenní a je nutné zajistit náležitá bezpečnostní opatření. Před odstraněním musí být provedena opatření pro detoxikaci zbylého bromičnanu redukcí na bromid.

Pracovníci používající tuto normu mají ovládat běžnou laboratorní praxi. Tato norma neuvádí všechny bezpečnostní problémy, které se mohou vyskytnout při jejím používání. Je odpovědností uživatele stanovit náležitá bezpečnostní i zdravotnická opatření a zajistit shodu se všemi podmínkami národních předpisů.

DŮLEŽITÉ Je zcela nezbytné, aby zkoušky prováděné podle této normy vykonávali náležitě školení pracovníci. Rtuť a sloučeniny rtuti jsou vysoce toxické. Při manipulaci se vzorky a s roztoky, které obsahují nebo mohou obsahovat rtuť, je potřebná velká opatrnost.

1 Předmět normy

Tato norma určuje dvě metody stanovení rtuti v pitné, povrchové, podzemní, dešťové a odpadní vodě po vhodné digesci. Pro první metodu (popsanou v kapitole 6) se používá zkoncentrování s amalgamací Hg například na adsorbentu zlato/platina. Pro metodu popsanou v kapitole 7 je zkoncentrování vynecháno.

Výběr metody závisí na dostupném vybavení, na matici vzorku a na sledovaném koncentračním rozsahu. Obě metody jsou vhodné ke stanovení rtuti ve vodě. Metoda se zkoncentrováním (viz kapitola 6) má obvykle pracovní rozsah od 0,01 mg/l do 1 mg/l. Průměrná mez stanovitelnosti (LOQ), uvedená účastníky validační zkoušky (viz příloha A), byla 0,008 mg/l. Tato informace o LOQ poskytuje uživateli normy orientaci a nenahrazuje odhad statistických údajů založený na údajích specifických pro laboratoř. Je potřeba vzít v úvahu, že je možné dosáhnout nižších LOQ se specifickými přístroji (např. jednoúčelovými analyzátory rtuti).

Metoda bez zkoncentrování (viz kapitola 7) má obvykle pracovní rozsah začínající na 0,05 mg/l. Průměrná LOQ, uvedená účastníky validační zkoušky (viz příloha A), byla 0,024 mg/l. Záleží na uživateli, aby rozhodl podle specifického použití, jestli mají být vyšší koncentrace stanoveny bez zkoncentrování a/nebo po zředění vzorku. Citlivost obou metod závisí na zvolených pracovních podmínkách.

Jiná možnost stanovení extrémně nízkých koncentrací rtuti až do 0,002 mg/l bez zkoncentrování je použití atomové fluorescenční spektrometrie (viz ISO 17852). Speciální atomové absorpční analyzátory rtuti umožňují stanovení koncentrací až do 0,010 mg/l bez zkoncentrování.

Obecně závisí stanovení stopových koncentrací rtuti metodou AAS (nebo AFS) na pracovních podmínkách v laboratoři a na použití velmi čistých chemikálií se zanedbatelně nízkou hodnotou slepých stanovení Hg.

POZNÁMKA Tuto normu je dovoleno používat také pro průmyslové odpadní vody a městské odpadní vody po dodatečné digesci provedené za vhodných podmínek a po vhodné validaci metody (viz 7.4). Je nutné brát v úvahu potenciální stálost vzorku (ztráty rtuti) u anaerobních redukcí

průmyslových odpadních vod.

Konec náhledu - text dále pokračuje v placené verzi ČSN.