

PŘEDBĚŽNÁ ČESKÁ TECHNICKÁ NORMA

ICS 13.060.50 **Listopad 2015**

Kvalita vod – Stanovení tributylcínu (TBT) v celkových vzorcích vody – Metoda extrakce
tuhou fází (SPE) s disky SPE a plynové chromatografie s hmotnostní spektrometrií
s trojitým kvadrupólem

ČSN P
CEN/TS 16692
75 7594

Water quality – Determination of tributyltin (TBT) in whole water samples – Method using solid
phase extraction (SPE)
with SPE disks and gas chromatography with triple quadrupole mass spectrometry

Qualité de l'eau – Dosage du tributylétain (TBT) dans la totalité des échantillons d'eau – Méthode par
extraction sur phase solide (SPE) avec disques SPE et chromatographie en phase gazeuse avec
spectrométrie de masse triple quadrupôle

Wasserbeschaffenheit – Bestimmung von Tributylzinn (TBT) in Gesamtwasserproben – Verfahren
mittels Festphasenextraktion (SPE) mit SPE-Disks und Gaschromatographie mit Triple-Quadrupole
Massenspektrometrie

Tato předběžná norma je českou verzí technické specifikace CEN/TS 16692:2015. Překlad byl
zajištěn Úřadem pro technickou normalizaci, metrologii a státní zkušebnictví. Má stejný status jako
oficiální verze.

This prestandard is the Czech version of the Technical Specification CEN/TS 16692:2015. It was
translated by the Czech Office for Standards, Metrology and Testing. It has the same status as the
official version.

Národní předmluva

Upozornění na používání této normy

Tato předběžná česká technická norma přejímá technickou specifikaci CEN/TS 16692:2015 vydanou
v souladu s vnitřními předpisy CEN/CENELEC, část 2 a je určena k ověření. Případné připomínky
k obsahu normy přijímá Úřad pro technickou normalizaci, metrologii a státní zkušebnictví, odbor
technické normalizace.

Převzetí TS do národních norem členů CEN/CENELEC není povinné a tato TS nemusí být na národní
úrovni převzata jako normativní dokument.

Poznámka k překladu této normy

V souladu s originálem se v překladu této technické specifikace používají přípustné alternativní
názvy organoderivátů cínu. Preferované systematické názvy, odpovídající doporučení IUPAC,
odvozené od stannanu, jsou uvedeny v národních poznámkách při prvním výskytu názvu látky.

Informace o citovaných dokumentech

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

EN ISO 5667-3 zavedena v ČSN EN ISO 5667-3 (75 7051) Kvalita vod – Odběr vzorků – Část 3: Konzervace vzorků vod a manipulace s nimi

Související ČSN

ČSN EN ISO 22892 (83 6701) Kvalita půdy – Pokyny pro identifikaci cílových sloučenin plynovou chromatografií a hmotnostní spektrometrií

ČSN ISO 5725-2 (01 0251) Přesnost (správnost a shodnost) metod a výsledků měření – Část 2: Základní metoda pro stanovení opakovatelnosti a reprodukovatelnosti normalizované metody měření

Upozornění na národní poznámky

Do normy byly k Úvodu a k tabulce 1 doplněny informativní národní poznámky.

Vypracování normy

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

Technická normalizační komise: TNK 104 Kvalita vod

Pracovník Úřadu pro technickou normalizaci, metrologii a státní zkušebnictví: Ing. Alena Mastná

TECHNICKÁ SPECIFIKACE CEN/TS 16692
TECHNICAL SPECIFICATION
SPÉCIFICATION TECHNIQUE
TECHNISCHE SPEZIFIKATION Duben 2015

ICS 13.030.20

Kvalita vod – Stanovení tributylcínu (TBT) v celkových vzorcích vody – Metoda extrakce tuhou fází (SPE) s diskami SPE a plynové chromatografie s hmotnostní spektrometrií s trojitým kvadrupólem

Water quality – Determination of tributyltin (TBT) in whole water samples – Method using solid phase extraction (SPE) with SPE disks and gas chromatography with triple quadrupole mass spectrometry

Qualité de l'eau – Dosage du tributylétain (TBT) dans la totalité des échantillons d'eau – Méthode par extraction sur phase solide (SPE) avec disques SPE et chromatographie en phase gazeuse avec spectrométrie de masse triple quadrupôle

Wasserbeschaffenheit – Bestimmung von Tributylzinn (TBT) in Gesamtwasserproben – Verfahren mittels Festphasenextraktion (SPE) mit SPE-Disks und Gaschromatographie mit Triple-Quadrupole Massenspektrometrie

Tato technická specifikace (CEN/TS) byla schválena CEN dne 2014-04-01 pro dočasné používání.

Doba platnosti této CEN/TS je zatím omezena na tři roky. Po dvou letech budou členové CEN požádáni o připomínky týkající se zejména toho, zda může být CEN/TS převedena na evropskou normu.

Je třeba, aby členové CEN oznámili existenci této CEN/TS stejným způsobem, jako je tomu u EN,

a vhodnou formou ji zpřístupnili na národní úrovni. Je přípustné ponechat konfliktní národní normy v platnosti (souběžně s CEN/TS), dokud se nedosáhne konečného rozhodnutí o možnosti převedení této CEN/TS na EN.

Členy CEN jsou národní normalizační orgány Belgie, Bulharska, Bývalé jugoslávské republiky Makedonie, České republiky, Dánska, Estonska, Finska, Francie, Chorvatska, Irsko, 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.



Evropský výbor pro normalizaci
European Committee for Standardization
Comité Européen de Normalisation
Europäisches Komitee für Normung

Řídicí centrum CEN-CENELEC: Avenue Marnix 17, B-1000 Brusel

© 2015 CEN Veškerá práva pro využití v jakékoli formě a jakýmikoli prostředky Ref. č.
CEN/TS 16692:2015 E
jsou celosvětově vyhrazena národním členům CEN.

Obsah

Strana

Předmluva 5

Úvod 6

1 Předmět technické specifikace 7

2 Citované dokumenty 7

3 Podstata zkoušky 7

4 Rušivé vlivy 7

5 Chemikálie 8

6 Přístroje a pomůcky 10

7 Odběr vzorků 11

8 Postup zkoušky 11

8.1 Příprava vzorku 11

8.2 Derivatizace 11

8.2.1 Obecně 11

8.2.2 Postup derivatizace 11

8.3	Extrakce SPE disky	11
8.4	Čištění extraktu	12
8.5	Koncentrování extraktu	12
8.6	Plynová chromatografie	12
8.7	Identifikace jednotlivých látek metodou GC-MS	13
8.8	Měření hodnot slepých stanovení	13
9	Kalibrace	13
9.1	Obecné požadavky	13
9.2	Kalibrace kroku GC	14
9.3	Kalibrace úplného postupu s použitím vnitřního standardu	14
9.4	Výpočet hodnot výtěžnosti postupu	15
9.5	Výpočet výtěžnosti derivatizačního standardu	16
10	Výpočet	16
11	Vyjadřování výsledků	16
12	Protokol o zkoušce	17
Příloha A	(informativní) Vhodné podmínky plynové chromatografie a příklady chromatogramů	18
Příloha B	(informativní) Statistické údaje	20
Příloha C	(informativní) Příklad podmínek pro automatickou extrakci tuhou fází	21
Příloha D	(informativní) Čištění oxidem křemičitým	22
D.1	Oxid křemičitý, náplň čisticí kolony	22
D.2	Čisticí kolona	22
D.3	Eluent pro čištění extraktu	22
D.4	Čištění extraktu	22
	Bibliografie	23
	Předmluva	

Tento dokument (CEN/TS 16692:2015) vypracovala technická komise CEN/TC 230 *Rozbor vod*, jejíž sekretariát zajišťuje DIN.

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 byl vypracován na základě mandátu uděleného CEN Evropskou komisí a Evropským sdružením volného obchodu a podporuje základní požadavky směrnice Evropského parlamentu a Rady ustavující rámec pro činnost Společenství v oblasti vodní politiky (2000/60/ES) (Rámcové směrnice) a směrnice Evropského parlamentu a Rady o normách environmentální kvality (2008/105/ES).

Podle vnitřních předpisů CEN-CENELEC jsou tuto technickou specifikaci povinny oznámit národní normalizační organizace následujících zemí: Belgie, Bulharska, Bývalé jugoslávské republiky Makedonie, 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.

UPOZORNĚNÍ Pracovníci používající tuto technickou specifikaci mají ovládat běžnou laboratorní praxi. Není účelem této technické specifikace uvádět všechny bezpečnostní problémy, které souvisí s jejím používáním. Je odpovědností uživatele stanovit náležitá bezpečnostní i zdravotní opatření a zajistit shodu se všemi podmínkami národních předpisů.

DŮLEŽITÉ Je naprosto nezbytné, aby zkoušky podle této technické specifikace prováděli náležitě kvalifikovaní pracovníci.

Úvod

TributylcínNP1) (TBT) je prioritní látka uvedená v příloze X Rámcové směrnice (WFD, směrnice 2000/60/EC), pro kterou byly na evropské úrovni určeny normy environmentální kvality (EQS, environmental quality standards) pro vnitrozemské i další povrchové vody, aby bylo vodní prostředí chráněno proti chemickému znečištění (směrnice 2008/105/ES). S výjimkou kovů jsou EQS vyjadřovány jako celkové koncentrace v celkovém vzorku vody.

Analytické metody používané pro monitoring pro účely WFD navíc musí splňovat určité požadavky týkající se meze stanovitelnosti a maximální přijatelné nejistoty měření (směrnice 2009/90/EC). Dosud není dostupná žádná normalizovaná metoda pro stanovení TBT v celkových vzorcích vody, která by splňovala tyto požadavky. Proto Evropská komise přidělila CEN mandát, aby vyvinul nebo zlepšil normy, které by podpořily implementaci požadavků na monitoring podle WFD.

Směrnice 2008/105/EC byla změněna směrnicí 2013/39/EU, tato norma však byla vyvinuta pro analýzu TBT, který je uveden v příloze A směrnice 2008/105/EC.

Norma environmentální kvality - roční průměr (AA-EQS), annual average environmental quality standard) pro TBT je 0,000 2 mg/l a je definována pro koncentraci v celkovém vzorku vody, včetně nerozpuštěných látek obsažených ve vzorku. Protože látky jako TBT se silně sorbují na environmentální pevné látky, může být frakce vázaná na částice podstatná. Proto je důležité, aby bylo možno v analytickém procesu zpracovat celkové vzorky vody. Identifikace a kvantifikace stopových koncentrací TBT často vyžaduje vysoce citlivé chromatografické vybavení a účinné kroky zkoncentrování.

1 Předmět technické specifikace

Tato technická specifikace popisuje metodu pro stanovení tributylcínu (TBT) v celkových vzorcích vody. Je použitelná pro analýzu TBT v povrchové vodě, která může obsahovat až 500 mg/l

nerozpuštěných látek (celkové vzorky vody), v podzemní, pitné a mořské vodě. Pracovní rozsah je 0,04 ng/l až 20 ng/l. Mez stanovitelnosti (LOQ, limit of quantification) se většinou určí s použitím hodnoty slepého stanovení získané během validace této metody.

POZNÁMKA 1 Metoda byla během svého vývoje úspěšně použita pro vzorky mořské vody, ale tyto vzorky nebyly zahrnuty do mezilaboratorního porovnání.

POZNÁMKA 2 V tomto dokumentu je TBT synonymum pro tributylcíníčitý kation.

POZNÁMKA 3 Blízko dolní meze pracovního rozsahu mohou být nejistoty měření vyšší.

Konec náhledu - text dále pokračuje v placené verzi ČSN.