

ČESKÁ TECHNICKÁ NORMA

ICS 13.060.50 **Březen 2016**

Kvalita vod - Stanovení vybraných polybromovaných difenyletherů (PBDE) v celkových vzorcích vody - Metoda extrakce tuhou fází (SPE) s diskem SPE kombinovaná s plynovou chromatografií a hmotnostní spektrometrií (GC-MS)

ČSN
EN 16694
75 7595

Water quality - Determination of selected polybrominated diphenyl ether (PBDE) in whole water samples - Method using solid phase extraction (SPE) with SPE-disks combined with gas chromatography - mass spectrometry (GC-MS)

Qualité de l'eau - Dosage du pentabromodiphényléther (PBDE) dans des échantillons d'eau totale - Méthode par extraction en phase solide (SPE) avec disques SPE, avec couplage chromatographie en phase gazeuse - spectrométrie de masse (GC-SM)

Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von ausgewählten polybromierten Diphenylethern (PBDE) in Gesamtwasserproben - Verfahren mittels Festphasenextraktion (SPE) mit SPE-Disks in Verbindung mit Gaschromatographie - Massenspektrometrie (GC-MS)

Tato norma je českou verzí evropské normy EN 16694:2015. 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 16694:2015. It was translated by the Czech Office for Standards, Metrology and Testing. It has the same status as the official version.

Národní předmluva

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 5667-1 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

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

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

Souvisící ČSN

ČSN EN 16377 (83 8020) Charakterizace odpadů – Stanovení bromovaných zpomalovačů hoření (BFR) v pevných odpadech

ČSN EN ISO 22032 (75 8056) Jakost vod – Stanovení vybraných bromovaných difenyletherů v sedimentech a čistírenských kalech – Metoda plynové chromatografie a hmotnostní spektrometrie po extrakci

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

ČSN P ISO/TS 13530 (75 7010) Jakost vod – Návod na řízení kvality chemického a fyzikálně-chemického rozboru vod

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

EVROPSKÁ NORMA EN 16694
EUROPEAN STANDARD
NORME EUROPÉENNE
EUROPÄISCHE NORM Září 2015

ICS 13.060.50

Kvalita vod – Stanovení vybraných polybromovaných difenyletherů (PBDE) v celkových vzorcích vody – Metoda extrakce tuhou fází (SPE) s disky SPE kombinovaná s plynovou chromatografií a hmotnostní spektrometrií (GC-MS))

Water quality – Determination of selected polybrominated diphenyl ether (PBDE) in whole water samples – Method using solid phase extraction (SPE) with SPE-disks combined with gas chromatography – mass spectrometry (GC-MS)

Qualité de l'eau – Dosage du pentabromodiphényléther (PBDE) dans des échantillons d'eau totale – Méthode par extraction en phase solide (SPE) avec disques SPE, avec couplage chromatographie en phase gazeuse-spectrométrie de masse (CG-SM)

Wasserbeschaffenheit – Bestimmung von ausgewählten polybromierten Diphenylethern (PBDE) in Gesamtwasserproben – Verfahren mittels Festphasenextraktion (SPE) mit SPE-Disks in Verbindung mit Gaschromatographie – Massenspektrometrie (GC-MS)

Tato evropská norma byla schválena CEN dne 2015-06-27.

Členové CEN jsou povinni splnit vnitřní předpisy CEN/CENELEC, v nichž jsou stanoveny podmínky, za kterých se této evropské normě bez jakýchkoliv modifikací uděluje 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, 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.
EN 16694:2015 E
jsou celosvětově vyhrazena národním členům CEN.

Obsah

Strana

Evropská předmluva 5

Úvod 6

1 Předmět normy 7

2 Citované dokumenty 7

3 Podstata zkoušky 7

4 Rušivé vlivy 8

4.1 Rušivé vlivy při odběru vzorků a extrakci 8

4.2 Rušivé vlivy při GC-MS 8

5 Chemikálie 8

6 Přístroje a pomůcky 10

7 Odběr vzorků 11

8 Postup zkoušky 11

8.1 Příprava vzorku 11

8.2 Extrakce SPE disky 11

8.3 Koncentrování extraktu 12

8.4 Plynová chromatografie a hmotnostní spektrometrie 12

8.5 Identifikace jednotlivých látek metodou GC-MS 12

8.6 Měření hodnot slepých stanovení 13

9 Kalibrace 13

9.1 Kalibrace s vnitřními standardy 13

9.2 Postup 14

10 Výpočet výsledků 15

10.1 Stanovení koncentrací PBDE v celkových vzorcích vody 15

10.2 Výpočet výtěžností vnitřních standardů 15

11 Vyjadřování výsledků 16

12 Protokol o zkoušce 16

Příloha A (informativní) Vhodné podmínky plynové chromatografie a příklady chromatogramů 17

A.1 Podmínky GC-HRMS pro chromatogramy na obrázku A.1 17

A.2 Podmínky GC-MS/MS pro chromatogramy na obrázku A.2 20

A.3 Podmínky GC-NCI-MS pro chromatogram na obrázku A.3 22

Příloha B (informativní) Statistické údaje 23

Příloha C (informativní) Příklady vhodných SPE disků 25

Příloha D (informativní) Postup čištění 26

D.1 Chemikálie 26

D.2 Postup 26

Bibliografie 27

Evropská předmluva

Tento dokument (EN 16694:2015) vypracovala technická komise CEN/TC 230 *Rozbor vod*, jejíž sekretariát zajišťuje DIN.

Této evropské normě je nutno nejpozději do března 2016 udělit 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 března 2016.

Tento dokument byl vypracován na základě mandátu uděleného CEN Evropskou komisí a Evropským sdružením volného obchodu.

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.

Podle vnitřních předpisů CEN/CENELEC jsou tuto evropskou normu povinny zavést národní normalizační organizace následujících zemí: Belgie, Bulharska, Bývalé jugoslávské republiky Makedonie, České republiky, Dánska, Estonska, Finska, Francie, Chorvatska, Irsko, Islandu, Itálie, Kypru, Litvy, Lotyšska, Lucemburska, Maďarska, Malty, Německo, Nizozemska, Norsko, Polsko, Portugalsko, Rakousko, Rumunsko, Řecko, Slovensko, Slovinsko, Spojeného království, Španělsko, Švédsko, Švýcarsko a Turecko.

Úvod

UPOZORNĚNÍ Pracovníci používající tuto normu mají ovládat běžnou laboratorní praxi. Není účelem této normy 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 normy prováděli náležitě kvalifikovaní pracovníci.

Polybromované difenylethery (PBDE) jsou prioritní látky uvedené v příloze X Rámcové směrnice (WFD, směrnice 2000/60/ES), pro které 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/ES). Dosud není dostupná žádná normalizovaná metoda pro stanovení PBDE 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/ES byla změněna směrnicí 2013/39/EU, tato norma však byla vyvinuta pro analýzu PBDE, které jsou uvedeny v příloze A směrnice 2008/105/ES.

Seznam prioritních látek v příloze X Rámcové směrnice zahrnuje technický pentabromdifenylether, který je směsí kongenerů BDE-28, BDE-47, BDE-99, BDE-100, BDE-153 a BDE-154. Norma environmentální kvality - roční průměr (AA-EQS, annual average environmental quality standard) pro pentabromdifenylether ve vnitrozemských povrchových vodách je 0,5 ng/l a je definována pro koncentraci v celkovém vzorku vody, včetně nerozpuštěných látek obsažených ve vzorku. Protože látky jako PBDE se silně adsorbují na environmentální pevné látky, může být frakce vázaná na částice podstatná. Cílem této metody je extrahovat celkové vzorky vody v jediném kroku, aby byly stanoveny rozpuštěné PBDE i PBDE vázané na částice. Identifikace a kvantifikace stopových koncentrací kongenerů BDE vyžaduje vysoce citlivé chromatografické vybavení, účinné kroky zkoncentrování a znalosti o možném vlivu slepých stanovení.

1 Předmět normy

Tato norma specifikuje metodu pro stanovení šesti vybraných polybromovaných difenyletherů (PBDE) (viz tabulka 1), reprezentujících technické bromované difenylethery (BDE), ve vzorcích vody, v hmotnostních koncentracích $\geq 0,025$ ng/l pro každý jednotlivý kongener. Metoda používá extrakci tuhými fází se SPE disky, následovanou plynovou chromatografií a hmotnostní spektrometrií (GC-MS).

Je použitelná pro analýzu PBDE v povrchové vodě, která může obsahovat až 500 mg/l nerozpuštěných látek (celkové vzorky vody), v pitné a podzemní vodě. Mez stanovitelnosti (LOQ, limit of quantification) byla určena podle ISO/TS 13530 na základě replikátních slepých stanovení postupu, provedených za podmínek reprodukovatelnosti.

Tato metoda se může používat pro analýzu dalších kongenerů BDE, které nejsou uvedeny v tabulce 1, nebo jiných typů vod. Před použitím však musí být validována.

Tabulka 1 - Polybromované difenylethery (PBDE), které lze stanovit touto metodou

Kongener	Zkratka^a	Vzorec	Molární hmotnost g/mol	Registrační číslo CAS^b
2,4,4,-tribromdifenylether	BDE-28	C ₁₂ H ₇ Br ₃ O	406,8954	41318-75-6
2,2,,4,4,-tetrabromdifenylether	BDE-47	C ₁₂ H ₆ Br ₄ O	485,7950	5436-43-1
2,2,,4,4,,5-pentabromdifenylether	BDE-99	C ₁₂ H ₅ Br ₅ O	564,6911	60348-60-9
2,2,,4,4,,6-pentabromdifenylether	BDE-100	C ₁₂ H ₅ Br ₅ O	564,6911	189084-64-8
2,2,,4,4,,5,6,-hexabromdifenylether	BDE-154	C ₁₂ H ₄ Br ₆ O	643,5872	68631-49-2
2,2,,4,4,,5,5,-hexabromdifenylether	BDE-153	C ₁₂ H ₄ Br ₆ O	643,5872	207122-15-4

POZNÁMKA Pro kongenery PBDE se nepoužívají čísla EC.

^a Číslování analogické názvosloví IUPAC pro PCB.

^b Registrační číslo CAS: Registrační číslo služby Chemických abstrakt (Chemical Abstracts Service Registry Number).

Konec náhledu - text dále pokračuje v placené verzi ČSN.