

Kvalita vod – Stanovení vybraných polycyklických aromatických uhlovodíků (PAH) v celkových vzorcích vody – Metoda extrakce tuhou fází (SPE) s disky SPE kombinovaná s plynovou chromatografií a hmotnostní spektrometrií (GC-MS)

ČSN
EN 16691
75 7557

Water quality – Determination of selected polycyclic aromatic hydrocarbons (PAH) 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 des hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP) sélectionnés 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 polycyclischen aromatischen Kohlenwasserstoffen (PAK) in Gesamtwasserproben – Verfahren mittels Festphasenextraktion (SPE) mit SPE-Disks in Verbindung mit Gaschromatographie Massenspektrometrie (GC-MS)

Tato norma je českou verzí evropské normy EN 16691:2015. 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 16691:2015. 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 1042 zavedena v ČSN ISO 1042 (70 4105) Laboratorní sklo – Odměrné baňky s jednou ryskou

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

Souvisící ČSN

ČSN EN 15527 (83 8029) Charakterizace odpadů – Stanovení polycyklických aromatických uhlovodíků (PAH) v odpadech plynovou chromatografií s hmotnostním spektrometrem (GC/MS)

ČSN EN ISO 17993 (75 7555) Jakost vod – Stanovení 15 polycyklických aromatických uhlovodíků (PAU) metodou HPLC s fluorescenční detekcí po extrakci kapalina-kapalina

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 ISO 6107-2 (75 0175) Jakost vod – Slovník – Část 2

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

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

ČSN ISO 28540 (75 7556) Kvalita vod – Stanovení 16 polycyklických aromatických uhlovodíků (PAH) ve vodě –
Metoda plynové chromatografie s hmotnostně spektrometrickou detekcí (GC-MS)

ČSN P ISO/TS 28581 (75 7592) Kvalita vod – Stanovení vybraných nepolárních látek – Metoda plynové chromatografie s hmotnostně spektrometrickou detekcí (GC-MS)

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 16691
EUROPEAN STANDARD
NORME EUROPÉENNE
EUROPÄISCHE NORM Září 2015

ICS 13.060.50

Kvalita vod – Stanovení vybraných polycyklických aromatických uhlovodíků (PAH) 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 polycyclic aromatic hydrocarbons (PAH) 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 des hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP) sélectionnés 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 polycyclischen aromatischen Kohlenwasserstoffen (PAK) 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 biblio-

grafické citace týkající se těchto národních norem lze obdržet na vyžádání v Řídicím centru CEN-CENELEC nebo u kteréhokoli 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, Irska, Islandu, Itálie, Kypru, Litvy, Lotyšska, Lucemburska, Maďarska, Maltu, 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 16691:2015 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 8

4 Rušivé vlivy 8

4.1 Rušivé vlivy při odběru vzorků, extrakci a koncentrování 8

4.2 Rušivé vlivy při GC 8

5 Chemikálie 9

6 Přístroje a pomůcky 11

7 Odběr vzorků 12

8 Postup zkoušky 12

8.1 Příprava vzorku a extrakce 12

8.1.1 Příprava vzorku 12

8.1.2 Úprava (kondicionování) SPE disku 12

8.1.3 Extrakce a eluce 12

8.1.4 Koncentrování extraktu 13

8.1.5 Změna rozpouštědla 13

8.2 Podmínky plynové chromatografie 13

8.3 Měření slepého stanovení 13

9 Kalibrace 13

9.1 Obecně 13

9.2 Kalibrace s vnitřním standardem 13

10 Měření vzorků 14

10.1 Podmínky hmotnostní spektrometrie (MS) 14

10.2 Měření vzorků 14

11 Identifikace jednotlivých látek metodou GC-MS (SIM) 15

12 Výpočet 16

12.1 Výtěžnost vnitřních standardů 16

12.2 Koncentrace ve vzorku 17

13 Vyjadřování výsledků 17

14 Protokol o zkoušce 17

Příloha A (informativní) Vhodné podmínky plynové chromatografie a příklady chromatogramů – Podmínky GC 18

Příloha B (informativní) Statistické údaje 21

Příloha C (informativní) Rozpis ředění standardů 23

Příloha D (informativní) Čištění oxidem křemičitým 24

Příloha E (informativní) Příklady vhodných disků pro extrakci tuhou fází (SPE disků) 25

Bibliografie 26

Evropská předmluva

Tento dokument (EN 16691:2015) 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, Irska, Islandu, Itálie, Kypru, Litvy, Lotyšska, Lucemburska, Maďarska, Malty, Německa, Nizozemska, Norska, Polska, Portugalska, Rakouska, Rumunska, Řecka, Slovenska, Slovinska, Spojeného království, Španělska, 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.

Polycyklické aromatické uhlovodíky (PAH) 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 PAH 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 PAH, které jsou uvedeny v příloze A směrnice 2008/105/ES.

Organické látky specifikované v Rámcové směrnici se vyskytují téměř ve všech typech vod. Tyto látky jsou adsorbovány na pevné látky (sedimenty, suspendované látky) a jsou také rozpuštěny v kapalné fázi. Velkou skupinou těchto látek jsou polycyklické aromatické uhlovodíky (PAH). Pro analytické stanovení PAH ve vodě a v odpadní vodě jsou k dispozici další technické normy:

- EN ISO 17993 popisuje metodu stanovení 15 PAH vysokoúčinnou kapalinovou chromatografií s fluorescenční detekcí v pitné, podzemní a povrchové vodě;
- ISO 7981-1 a ISO 7981-2 popisují metody stanovení 6 PAH vysokoúčinnou chromatografií na tenké vrstvě nebo vysokoúčinnou kapalinovou chromatografií v pitné a podzemní vodě;
- ISO 28540 popisuje metodu stanovení nejméně 16 PAH s použitím plynové chromatografie s hmotnostně spektrometrickou detekcí (GC-MS) v pitné, podzemní a povrchové vodě;
- ISO/TS 28581 popisuje metodu stanovení polycyklických uhlovodíků a reziduí pesticidů v pitné, podzemní, povrchové a odpadní vodě.

1 Předmět normy

Tato norma specifikuje metodu pro stanovení 7 polycyklických aromatických uhlovodíků (PAH), uvedených v tabulce 1, v celkových vzorcích vody. Metoda používá extrakci tuhou fází se SPE disky, následovanou plynovou chromatografií a hmotnostní spektrometrií (GC-MS). Je použitelná pro analýzu PAH v povrchové vodě, která může obsahovat až 500 mg/l nerozpuštěných látek (celkové vzorky vody), v pitné a podzemní vodě.

Dolní a horní mez pracovního rozsahu závisí na matici, na specifické analyzované látce a na citlivosti detektoru hmotnostního spektrometru. Mez stanovitelnosti (LOQ, limit of quantification) určená během validace metody je uvedena v tabulce 1. Horní mez pracovního rozsahu je přibližně 2 000 ng/l.

Tato metoda je po některých úpravách vhodná pro analýzu odpadních vod. Je použitelná pro analýzu dalších PAH¹), pokud byla pro každý PAH validována.

Tabulka 1 – Polycyklické aromatické uhlovodíky (PAH), které lze stanovit touto metodou

Látka	Sumární vzorec	Molární hmotnost g/mol	Číslo EC ^a	Registrační číslo CAS ^b	LOQ ^c ng/l
anthracen	C ₁₄ H ₁₀	178,23	204-371-1	120-12-7	0,24
fluoranthen	C ₁₆ H ₁₀	202,26	205-912-4	206-44-0	2,1
benzo[b]fluoranthen	C ₂₀ H ₁₂	252,32	205-911-9	205-99-2	0,56
benzo[k]fluoranthen	C ₂₀ H ₁₂	252,32	205-916-6	207-08-9	0,44
benzo[a]pyren	C ₂₀ H ₁₂	252,32	200-028-5	50-32-8	0,33
benzo[ghi]perylene	C ₂₂ H ₁₂	276,34	205-883-8	191-24-2	0,44
indeno[1,2,3-cd]pyren	C ₂₂ H ₁₂	276,34	205-893-2	193-39-5	0,42

^a Číslo EC: Evropský seznam existujících obchodovaných chemických látek (European inventory of existing commercial substances, EINECS) nebo Evropský seznam notifikovaných chemických látek (European list of notified chemical substances, ELINCS).

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

^c Pro stanovení LOQ byl použit postup uvedený v NEN 7777+C1:2012 [12].

Konec náhledu - text dále pokračuje v placené verzi ČSN.