

ČESKÁ TECHNICKÁ NORMA

ICS 13.060.50 **Březen 2016**

Kvalita vod - Stanovení organochlorových pesticidů (OCP) v celkových vzorcích vody - Metoda extrakce tuhou fází (SPE) s disky SPE kombinovaná s plynovou chromatografií a hmotnostní spektrometrií (GC-MS)

ČSN
EN 16693
75 7596

Water quality - Determination of organochlorine pesticides (OCP) 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 pesticides organochlorés (POC) dans la totalité de l'échantillon d'eau - Méthode par extraction en phase solide (SPE) avec disques SPE, avec couplage chromatographie en phase gazeuse-spectrométrie de masse (CG-SM)

Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von Organochlorpestiziden (OCP) in Gesamtwasserproben - Verfahren mittels Festphasenextraktion (SPE) mit SPE-Disks in Verbindung mit Gaschromatographie - Massenspektrometrie (GC-MS)

Tato norma je českou verzí evropské normy EN 16693:2015. 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 16693:2015. 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 5667-3 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 ISO 5667-1 (75 7051) Jakost vod - Odběr vzorků - Část 1: Návod pro návrh programu odběru vzorků a pro způsoby odběru vzorků

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

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 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 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 16693

EUROPEAN STANDARD

NORME EUROPÉENNE

EUROPÄISCHE NORM Září 2015

ICS 13.060.50

Kvalita vod - Stanovení organochlorových pesticidů (OCP) 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 organochlorine pesticides (OCP) 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 pesticides organochlorés (POC) dans la totalité de l'échantillon d'eau - Méthode par extraction en phase solide (SPE) avec disques SPE, avec couplage chromatographie en phase gazeuse-spectrométrie de masse (CG-SM)

Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von Organochlorpestiziden (OCP) 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 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, Irska, Islandu, Itálie, Kypru, Litvy, Lotyšska, Lucemburska, Maďarska, Malty, Německa, Nizozemska, Norska, Polska,

Portugalska, Rakouska, Rumunsko, Řecko, Slovensko, Slovinsko, Spojeného království, Španělsko, Švédsko, Švýcarsko a Turecko.



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 jakýmkoli prostředky Ref. č.
EN 16693:2015 E
jsou celosvětově vyhrazena národním členům CEN.

Obsah

Strana

Evropská předmluva 5

Úvod 6

1 Předmět normy 7

2 Citované dokumenty 8

3 Podstata zkoušky 8

4 Rušivé vlivy 8

4.1 Rušivé vlivy při odběru vzorků a extrakci 8

4.2 Rušivé vlivy při GC-MS 8

5 Chemikálie 9

6 Přístroje a pomůcky 10

7 Odběr vzorků 11

8 Postup zkoušky 11

8.1 Příprava vzorku a extrakce 11

8.2 Extrakce SPE disky 11

8.3 Koncentrování extraktu 12

8.4 Plynová chromatografie 12

8.5 Identifikace jednotlivých látek metodou GC-MS 12

8.6 Měření hodnot slepých stanovení 12

9 Kalibrace 13

9.1 Obecné požadavky 13

9.2 Kalibrace GC 14

9.3 Kalibrace s použitím vnitřního standardu 14

9.4 Výpočet hodnot výtěžnosti postupu 15

10 Výpočet výsledků 16

11 Vyjadřování výsledků 16

12 Protokol o zkoušce 16

Příloha A (informativní) Vhodné podmínky plynové chromatografie a příklady chromatogramů - Podmínky GC pro příklady chromatogramů na obrázku A.1 17

Příloha B (informativní) Statistické údaje 22

Příloha C (informativní) Příklady vhodných SPE disků 25

Příloha D (informativní) Příklady vnitřních standardů 26

Bibliografie 27

Evropská předmluva

Tento dokument (EN 16693:2015) 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.

Organochlorové pesticidy (OCP) 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 OCP 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 OCP, které jsou uvedeny v příloze A směrnice 2008/105/ES.

Seznam prioritních látek v příloze X Rámcové směrnice zahrnuje různé OCP, například alachlor, endosulfan, hexachlorbenzen, izomery hexachlorcyklohexanu, pentachlorbenzen, aldrin, dieldrin, endrin, isodrin, DDT a jeho metabolity. Normy environmentální kvality - roční průměry (AA-EQS, annual average environmental quality standards) pro jednotlivé OCP jsou v rozmezí od 0,000 5 mg/l do 0,3 mg/l a jsou definovány pro koncentraci v celkovém vzorku vody, včetně nerozpuštěných látek obsažených ve vzorku. Protože látky jako OCP, zejména OCP s větší relativní molekulovou hmotností, 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 OCP často vyžaduje vysoce citlivé chromatografické vybavení a účinné kroky zkoncentrování.

1 Předmět normy

Tato norma specifikuje metodu pro stanovení vybraných organochlorových pesticidů (OCP) (viz tabulka 1) ve vzorcích vody. Metoda používá extrakci tuhou fází se SPE disky, následovanou plynovou chromatografií a hmotnostní spektrometrií (GC-MS). Je použitelná pro analýzu OCP v povrchové vodě, která může obsahovat až 500 mg/l nerozpuštěných látek (celkové vzorky vody), v pitné a podzemní vodě. Dolní mez pracovního rozsahu závisí na matici, na specifické analyzované látce a na citlivosti detektoru hmotnostního spektrometru. Pro látky uvedené v tabulce 1 je mez stanovitelnosti (LOQ, limit of quantification) alespoň 30 % odpovídající hodnoty AA-EQS (0,000 15 mg/l až 0,1 mg/l) podle požadavků směrnice o normách environmentální kvality v oblasti vodní politiky (směrnice 2008/105/ES) pro vnitrozemské povrchové vody a další povrchové vody.

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

Tabulka 1 - Organochlorové pesticidy (OCP), které lze stanovit touto metodou

Látka	Sumární vzorec	Molární hmotnost g/mol	Číslo EC ^a	Registrační číslo CAS ^b
Alachlor	C ₁₄ H ₂₀ ClNO ₂	269,77	240-110-8	15972-60-8

Cyklodienové pesticidy:

Aldrin	$C_{12}H_8Cl_6$	364,91	206-215-8	309-00-2
Dieldrin	$C_{12}H_8Cl_6O$	380,91	200-484-5	60-57-1
Endrin	$C_{12}H_8Cl_6O$	380,91	200-775-7	72-20-8
Isodrin	$C_{12}H_8Cl_6$	364,91	207-366-2	465-73-6

DDT-celkem:

op'-DDT	$C_{14}H_9Cl_5$	354,49	212-332-5	789-02-6
pp'-DDT	$C_{14}H_9Cl_5$	354,49	200-024-3	50-29-3
pp'-DDD	$C_{14}H_9Cl_4$	320,04	200-783-0	72-54-8
pp'-DDE	$C_{14}H_9Cl_4$	318,03	200-784-6	72-55-9
Hexachlorbenzen (HCB)	C_6Cl_6	284,80	204-273-9	118-74-1
Hexachlorbutadien (HCBD)	C_4Cl_6	260,76	201-765-5	87-68-3

Hexachlorcyklohexan^c:

alfa-HCH	$C_6H_6Cl_6$	290,83	206-270-8	319-84-6
beta-HCH	$C_6H_6Cl_6$	290,83	206-271-3	319-85-7
delta-HCH	$C_6H_6Cl_6$	290,83	206-272-9	319-86-8
gama-HCH	$C_6H_6Cl_6$	290,83	200-401-2	58-89-9
Pentachlorbenzen	C_6HCl_5	250,34	210-172-0	608-93-5

Trichlorbenzen^c:

1,2,3-TCB	$C_6H_3Cl_3$	181,45	201-757-1	87-61-6
1,2,4-TCB	$C_6H_3Cl_3$	181,45	204-428-0	120-82-1
1,3,5-TCB	$C_6H_3Cl_3$	181,45	203-608-6	108-70-3

Endosulfan^c:

Endosulfan-I (alfa)	$C_9H_6Cl_6O_3S$	406,93	-	959-98-8
Endosulfan-II (beta)	$C_9H_6Cl_6O_3S$	406,93	-	33213-65-9

^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 Směs izomerů.

Konec náhledu - text dále pokračuje v placené verzi ČSN.