

2017

Charakterizace odpadů – Stanovení vybraných polychlorovaných bifenyľů (PCB) v pevných odpadech plynovou chromatografií s detektorem elektronového záchytu nebo s detekcí hmotnostní spektrometrií

ČSN EN 15308
83 8028

Characterization of waste – Determination of selected polychlorinated biphenyls (PCB) in solid waste by gas chromatography with electron capture or mass spectrometric detection

Caractérisation des déchets – Détermination de polychlorobiphényles (PCB) sélectionnés dans les déchets solides par chromatographie en phase gazeuse avec détection par capture d'électrons ou spectrométrie de masse

Charakterisierung von Abfällen – Bestimmung ausgewählter polychlorierter Biphenyle (PCB) in festem Abfall unter Anwendung der Kapillar-Gaschromatographie mit Elektroneneinfang-Detektion oder massenspektrometrischer Detektion

Tato norma je českou verzí evropské normy EN 15308:2016. 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 15308:2016. 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 15308 (83 8028) ze srpna 2008.

Národní předmluva

Informace o citovaných dokumentech

EN 12766-1 zavedena v ČSN EN 12766-1 (65 6205) Ropné výrobky a upotřebené oleje – Stanovení PCB

a příbuzných výrobků – Část 1: Separace a stanovení vybraných PCB kongenerů plynovou chromatografií (GC) použitím detektoru elektronového záchytu (ECD)

EN 12766-2 zavedena v ČSN EN 12766-2 (65 6205) Ropné výrobky a upotřebené oleje – Stanovení PCB

a příbuzných sloučenin – Část 2: Výpočet obsahu polychlorovaného bifenyľu (PCB)

EN 14346 zavedena v ČSN EN 14346 (83 8016) Charakterizace odpadů - Výpočet sušiny stanovením podílu sušiny nebo obsahu vody

Souvisící ČSN

ČSN EN 15002 (83 8003) Charakterizace odpadů - Příprava zkušebních podílů z laboratorního vzorku

ČSN EN 61619 (34 6705) Izolační kapaliny - Kontaminace polychlorovanými bifenoly (PCB) - Stanovení metodou kapilární plynové chromatografie

ČSN EN ISO 6468 (75 7580) Jakost vod - Stanovení některých organochlorových insekticidů, polychlorovaných bifenylů a chlorbenzenů - Metoda plynové chromatografie po extrakci kapalina-kapalina

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

ČSN ISO 11464 (83 6160) Kvalita půdy - Úprava vzorků pro fyzikálně-chemické rozborů

Vysvětlivky k textu převzaté normy

V textu normy je pro termín „silica“ použit termín „oxid křemičitý“.

Upozornění na národní poznámky

Do normy byla ke kapitole 10 doplněna informativní národní poznámka.

Vypracování normy

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

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

EVROPSKÁ NORMA
EUROPEAN STANDARD
NORME EUROPÉENNE
EUROPÄISCHE NORM

EN 15308

Říjen 2016

ICS 13.030.10; 13.030.20; 13.080.10
EN 15308:2008

Nahrazuje

Charakterizace odpadů - Stanovení vybraných polychlorovaných bifenylů (PCB) v pevných odpadech plynovou chromatografií s detektorem elektronového záchytu nebo s detekcí hmotnostní spektrometrií

Characterization of waste - Determination of selected polychlorinated biphenyls (PCB) in solid waste by gas chromatography with electron capture or mass spectrometric detection

Caractérisation des déchets - Détermination de polychlorobiphényles (PCB) sélectionnés dans les déchets solides par chromatographie en phase gazeuse avec détection par capture d'électrons ou spectrométrie de masse

Charakterisierung von Abfällen - Bestimmung ausgewählter polychlorierter Biphenyle (PCB) in festem Abfall unter Anwendung der Kapillar-Gaschromatographie mit Elektroneneinfang-Detektion oder massenspektrometrischer Detektion

Tato evropská norma byla schválena CEN dne 2016-09-21.

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, Irsko, Islandu, Itálie, Kypru, Litvy, Lotyšska, Lucemburska, Maďarska, Malty, Německa, Nizozemska, Norska, Polska, Portugalska, Rakouska, Rumunska, Řecka, Slovenska, Slovinska, Spojeného království, Srbska, Španělska, 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

© 2016 CEN Veškerá práva pro využití v jakékoli formě a jakýmikoli prostředky

Ref. č. EN 15308:2016 E

jsou celosvětově vyhrazena národním členům CEN.

Evropská předmluva.....	6
Úvod.....	7
1..... Předmět normy.....	8
2..... Citované dokumenty.....	8
3..... Termíny a definice.....	8
4..... Podstata zkoušky.....	9
5..... Chemikálie.....	9
5.1..... Obecně.....	9
5.2..... Chemikálie pro extrakci a sušení.....	9
5.3..... Chemikálie pro čisticí postupy.....	10
5.4..... Chemikálie pro plynovou chromatografii.....	11
5.5..... Standardy.....	11
5.5.1..... Kalibrační standardy.....	

.....	11
5.5.2..... Vnitřní a nástřikové standards.....	11
6..... Přístroje a pomůcky.....	12
6.1..... Postupy extrakce a čištění.....	12
6.1.1..... Obecně.....	12
6.1.2..... Postupy extrakce.....	12
6.1.3..... Postupy čištění.....	13
6.2..... Plynový chromatograf.....	13
6.3..... Kapilární kolony.....	13
7..... Poznámky k bezpečnosti práce.....	13
8..... Rušivé vlivy.....	13
9..... Uchovávání vzorků.....	14
10..... Úprava vzorku.....	14
10.1..... Obecně.....	14

10.2.....	
Sušení.....	
.....	14
10.3.....	Zmenšení velikosti
částic.....	
.....	14
11.....	
Postup.....	
.....	14
11.1.....	Slepé
stanovení.....	
.....	14
11.2.....	
Extrakce.....	
.....	14
11.2.1... Extrakce třepáním nebo	
sonikací.....	
.....	14
11.2.2... Soxhletova	
extrakce.....	
.....	15
11.3.....	
Čištění.....	
.....	15
11.3.1...	
Obecně.....	
.....	15
11.3.2... Čištění oxidem	
hlinitým.....	
.....	15
11.3.3... Čištění kartridží s oxidem	
křemičitým.....	
.....	15
11.3.4... Čištění oxidem křemičitým s kyselinou	
sírovou.....	16
11.3.5... Čištění	
Florisilem.....	
.....	16
11.3.6... Čištění	
TBA.....	

..... 16

11.3.7... Čištění pyrogenní

mědí.....

..... 16

11.3.8... Čištění směsí AgNO_3 /oxid

křemičitý.....

..... 16

11.3.9... Čištění dělením DMSO/ <i>n</i> -hexan.....	
.....	17
11.3.10. Čištění benzensulfonovou kyselinou/kartridží s oxidem křemičitým.....	17
11.4..... Analýza plynovou chromatografií.....	
.....	17
11.4.1... Obecně.....	
.....	17
11.4.2... Nastavení plynového chromatografu.....	
.....	17
11.4.3... Detektory.....	
.....	17
11.4.4... Kontrola výkonnosti metody.....	
.....	18
11.4.5... Stanovení GC-MS.....	
.....	19
11.4.6... Stanovení GC-ECD.....	
.....	20
12..... Výpočet.....	
.....	21
13..... Protokol o zkoušce.....	
.....	21
Příloha A (informativní) Charakteristiky metody.....	
... 22	
A.1..... Obecně.....	
.....	22

A.2 Druhy vzorků a příprava vzorku.....	22
A.3 Homogenita a stabilita.....	23
A.4 Extrakce.....	23
A.5 Čištění.....	24
A.6 Detekce.....	24
A.7 Roztoky standardu PCB.....	24
Příloha B (informativní) Příklady GC-MS chromatogramů roztoku kalibračního standardu a vzorku kontaminované zeminy.....	27
Příloha C (informativní) Příklady GC-ECD chromatogramů roztoku kalibračního standardu a vzorku kabelové drti.....	34
Příloha D (normativní) Metoda výpočtu pro odhad celkového obsahu PCB.....	36
Příloha E (informativní) Souhrn obecných požadavků a doporučení.....	44
Bibliografie.....	45

Evropská předmluva

Tento dokument (EN 15308:2016) vypracovala technická komise CEN/TC 444 *Zkušební metody pro charakterizaci pevných matric*, jejíž sekretariát zajišťuje NEN.

Této evropské normě je nutno nejpozději do dubna 2017 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 dubna 2017.

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

Tento dokument nahrazuje EN 15308:2008.

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

Polychlorované bifenyle (PCB) byly často používány v průmyslu jako aditiva tam, kde byla požadována chemická stabilita. Na druhé straně tato stabilita způsobuje environmentální problémy, pokud PCB nakonec proniknou do životního prostředí. Protože některé z těchto látek jsou vysoce toxické, jejich přítomnost v životním prostředí (vzduch, voda, půda, sedimenty a odpady) je pravidelně monitorována a kontrolována. V současnosti se stanovení PCB ve zmíněných matricích ve většině běžných laboratoří provádí měřením obsahu jednotlivých PCB metodou plynové chromatografie ve spojení s hmotnostně-spektrometrickým detektorem (GC-MS) nebo s detektorem elektronového záchytu (GC-ECD), které následuje po odběru vzorků, jejich úpravě, extrakci a čištění.

Tato norma bere v úvahu různé matrice a možné rušivé látky a nepopisuje pouze jediný možný způsob práce. Je možné si vybrat několik postupů, zejména pokud jde o čištění. Je možná detekce hmotnostní spektrometrií nebo detektorem elektronového záchytu. Jsou popsány dva různé postupy extrakce a devět postupů čištění. Aby bylo možné provádět vnitřní kontrolu vybraného způsobu extrakce a čištění, popisuje norma použití vnitřního a nástřikového standardu. Tato evropská norma byla validovaná pro sedm typů odpadů, které jsou obvykle kontaminovány PCB [stavební suť, kabelová drť, kontaminovaná zemina, elektroodpad, odpad z těsnění, lehké frakce po mechanické úpravě (šředrování) a odpadní dřevo]. Výsledky validace jsou uvedeny v příloze A (informativní).

1 Předmět normy

Tato norma popisuje kvantitativní stanovení sedmi kongenerů polychlorovaných bifenyly (PCB-28, PCB-52, PCB-101, PCB-118, PCB-138, PCB-153 a PCB-180) v pevných odpadech metodou plynové chromatografie s vysokým rozlišením s detektorem elektronového záchyty nebo hmotnostní spektrometrií. Obsah této normy je v podstatě shodný s horizontální normou pro stanovení PCB, a proto lze normu použít také pro půdy, kaly a upravený bioodpad. Mez detekce a mez stanovitelnosti této metody závisí na odběru vzorku, na úrovni rušivých vlivů a také na možnostech přístroje. Za podmínek uvedených v této normě je v případě nepřítomnosti rušivých vlivů stanovitelná minimální koncentrace kongenerů obvykle rovna nebo vyšší než 0,01 mg/kg sušiny.

POZNÁMKA V případě analýz PCB v izolačních kapalinách, ropných výrobcích, upotřebených olejích a vzorcích vod se postupuje podle EN 61619, EN 12766-1 a EN ISO 6468, v uvedeném pořadí.

Metodu lze použít k analýze jiných kongenerů PCB, které nejsou uvedeny v předmětu normy, ale měla by se provést vhodná interní validační zkouška.

Konec náhledu - text dále pokračuje v placené verzi ČSN.