

2018

Půdy, upravený bioodpad a kaly – Stanovení polycyklických aromatických uhlovodíků (PAH) plynovou chromatografií (GC) a vysokoúčinnou kapalinovou chromatografií (HPLC)

ČSN
EN 16181

83 8155

Soil, treated biowaste and sludge – Determination of polycyclic aromatic hydrocarbons (PAH) by gas chromatography (GC) and high performance liquid chromatography (HPLC)

Sols, bio-déchets traités et boues – Dosage des hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP) par chromatographie en phase gazeuse et chromatographie liquide a haute performance

Boden, behandelter Bioabfall und Schlamm – Bestimmung von polycyclischen aromatischen Kohlenwasserstoffen (PAK) mittels Gaschromatographie (GC) und Hochleistungs-Flüssigkeitschromatographie (HPLC)

Tato norma je českou verzí evropské normy EN 16181:2018. Překlad byl zajištěn Českou agenturou pro standardizaci. Má stejný status jako oficiální verze.

This standard is the Czech version of the European Standard EN 16181:2018. It was translated by the Czech Standardization Agency. It has the same status as the official version.

Nahrazení předchozích norem

Touto normou se nahrazuje ČSN P CEN/TS 16181 (83 8055) z května 2014.

Národní předmluva

Změny proti předchozí normě

V porovnání s předchozím vydáním normy byly provedeny tyto změny:

- celková úprava a zpřesnění textu normy;
- aktualizace údajů o opakovatelnosti a reprodukovatelnosti v příloze A.

Informace o citovaných dokumentech

EN 15934 zavedena v ČSN EN 15934 (83 8125) Kaly, upravený bioodpad, půdy a odpady – Výpočet podílu sušiny po stanovení zbytku po sušení nebo obsahu vody

EN 16179 zavedena v ČSN EN 16179 (83 8115) Kaly, upravený bioodpad a půdy - Návod pro úpravu vzorků

EN ISO 5667-15 zavedena v ČSN EN ISO 5667-15 (75 7051) Jakost vod - Odběr vzorků - Část 15: Pokyny pro konzervaci a manipulaci se vzorky kalu a sedimentu

EN ISO 16720 zavedena v ČSN EN ISO 16720 (83 6159) Kvalita půdy - Předúprava vzorků lyofilizací pro následnou analýzu

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

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

ISO 18512 nezavedena

Souvisící ČSN

ČSN EN 15308 (83 8028) Charakterizace odpadů - Stanovení vybraných polychlorovaných bifenyly (PCB) v pevných odpadech kapilární plynovou chromatografií s detektorem elektronového záchytu nebo detekcí hmotnostní spektrometrií

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

ČSN EN 16167 (83 8153) Kaly, upravený bioodpad a půdy - Stanovení polychlorovaných bifenyly (PCB) plynovou chromatografií s detekcí hmotnostní spektrometrií (GC-MS) a plynovou chromatografií s detektorem elektronového záchytu (GC-ECD)

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

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

Upozornění na národní poznámky

Do normy byla k článku 8.1 doplněna informativní národní poznámka.

Vypracování normy

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

Pracovník České agentury pro standardizaci: RNDr. Radka Kuleová

Česká agentura pro standardizaci je státní příspěvková organizace zřízená Úřadem pro technickou normalizaci, metrologii a státní zkušebnictví na základě ustanovení § 5 odst. 2 zákona č. 22/1997 Sb., o technických požadavcích na výrobky a o změně a doplnění některých zákonů, ve znění pozdějších předpisů.

ICS 13.030.01; 13.080.10
CEN/TS 16181:2013

Nahrazuje

Půdy, upravený bioodpad a kaly – Stanovení polycyklických aromatických uhlovodíků (PAH) plynovou chromatografií (GC) a vysokoúčinnou kapalinovou chromatografií (HPLC)

Soil, treated biowaste and sludge – Determination of polycyclic aromatic hydrocarbons (PAH) by gas chromatography (GC) and high performance liquid chromatography (HPLC)

Sols, bio-déchets traités et boues – Dosage des hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP) par chromatographie en phase gazeuse et chromatographie liquide à haute performance

Boden, behandelter Bioabfall und Schlamm – Bestimmung von polycyclischen aromatischen Kohlenwasserstoffen (PAK) mittels Gaschromatographie (GC) und Hochleistungs-Flüssigkeitschromatographie (HPLC)

Tato evropská norma byla schválena CEN dne 2018-04-04.

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, Rumunska, Řecka, Slovenska, Slovinska, Spojeného království, Srbska, 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: Rue de la Science 23, B 1040 Brusel

© 2018 CEN Veškerá práva pro využití v jakékoliv formě a jakýmikoliv prostředky

Ref. č. EN 16181:2018 E

jsou celosvětově vyhrazena národním členům CEN.

Evropská předmluva.....	6
Úvod.....	7
1..... Předmět normy.....	8
2..... Citované dokumenty.....	8
3..... Termíny a definice.....	9
4..... Podstata zkoušky.....	10
5..... Rušivé vlivy.....	10
5.1..... Rušivé vlivy při odběru vzorků a extrakci.....	10
5.2..... Interference při GC- MS.....	10
5.3..... Rušivé vlivy při HPLC.....	11
6..... Poznámky k bezpečnosti práce.....	11
7..... Chemikálie.....	11
8..... Přístroje a pomůcky.....	15

9..... Uchovávání a konzervace vzorků.....	16
9.1..... Uchovávání vzorků.....	16
9.2..... Úprava vzorků.....	16
10..... Postup zkoušky.....	17
10.1.... Slepé stanovení.....	17
10.2.... Extrakce.....	17
10.2.1 Obecně.....	17
10.2.2 Extrakční postup 1: propanon/rozpouštědlo podobné hexanu a třepání.....	18
10.2.3 Extrakční postup 2: Soxhletova extrakce (pro suché vzorky).....	18
10.2.4 Extrakční postup 3: propanon/petrolether/chlorid sodný a třepání.....	18
10.3.... Zkoncentrování nebo zředění.....	19
10.3.1 Obecně.....	19
10.3.2 Pro analýzu HPLC.....	19
10.4.... Čištění extraktu.....	19
10.4.1	

Obečně.....	19
10.4.2 Čištění A – Oxid hlinitý.....	20
10.4.3 Čištění B – Silikagel.....	20
10.4.4 Čištění C – Gelová permeační chromatografie (styren-divinylbenzenová pryskyřice).....	20
10.4.5 Čištění D – Dělení DMF/cyklohexan pro odstranění alifatických uhlovodíků.....	21
10.5.... Přídavek nástřikového standardu.....	21
10.6.... Analýza plynovou chromatografií (GC).....	21
10.6.1 Analýza plynovou chromatografií s hmotnostně-spektrometrickou detekcí.....	21
10.6.2 Kalibrace metody s použitím vnitřního standardu.....	22
10.6.3 Měření.....	23
10.6.4 Identifikace.....	23
10.6.5 Kontrola výkonnosti metody.....	23
10.6.6 Výpočet.....	24
10.7.... Analýza vysokoúčinnou kapalinovou chromatografií (HPLC).....	24
10.7.1 Obečně.....	24

10.7.2 Chromatografické dělení	
.....	24
10.7.3	
Detekce.....	
.....	24
10.7.4	
Kalibrace.....	
.....	25
10.7.5 Měření vzorků	
.....	25
10.7.6	
Výpočet.....	
.....	26
11..... Charakteristiky metody	
.....	26
12.....	
Preciznost.....	
.....	26
13..... Protokol o zkoušce	
.....	26
Příloha A (informativní) Údaje o opakovatelnosti a reprodukovatelnosti	27
A.1..... Materiály použité při mezilaboratorní porovnávací studii	27
A.2..... Výsledky mezilaboratorního porovnání	27
Příloha B (informativní) Příklady instrumentálních podmínek a chromatogramů	29
B.1..... Stanovení PAH s použitím GC-MS	29
B.2..... Stanovení PAH s použitím HPLC s fluorescenčním detektorem	34
Bibliografie	

Evropská předmluva

Tento dokument (EN 16181:2018) vypracovala technická komise CEN/TC 444 *Zkušební metody pro environmentální charakterizaci pevných matric*, jejíž sekretariát zajišťuje NEN.

Této evropské normě je nutno nejpozději do prosince 2018 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 prosince 2018.

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

Tento dokument nahrazuje CEN/TS 16181:2013.

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

CEN připravil tento dokument na základě mandátu Evropské komise (Mandát M/330), který žádá tvorbu norem pro vzorkování a analytických metod pro stanovení hygienických a biologických parametrů i organických a anorganických látek, s cílem vypracovat normy, které jsou vhodné pro kaly, upravený bioodpad a půdy, pokud je to technicky možné.

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, Srbska, Španělska, Švédsko, Švýcarsko a Turecko.

Úvod

Polycyklické aromatické uhlovodíky (PAH) jsou všudypřítomné, protože se každý rok uvolňují ve značném množství do životního prostředí spalováním organických látek, jako jsou uhlí, topné oleje, nafta, dřevo, odpadky a rostlinné materiály. Protože některé PAH jsou karcinogenní nebo mutagenní, jejich přítomnost v životním prostředí (v ovzduší, vodě, půdě, sedimentech a odpadech) se pravidelně monitoruje a kontroluje. V současnosti se ve většině běžných laboratoří stanovují PAH v těchto matricích následujícími postupnými kroky odběru vzorků, úpravy, extrakce, čištění a měřením specifických PAH plynovou chromatografií s hmotnostním spektrometrem (GC-MS) nebo vysokoúčinnou kapalinovou chromatografií (HPLC) v kombinaci s UV-DAD- nebo fluorescenční detekcí (HPLC-UV-DAD/FLD). Do této horizontální normy jsou zahrnuty metody GC-MS i HPLC.

Je popsáno použití vnitřních a nástřikových standardů, aby byla k dispozici vnitřní kontrola provedení extrakce a čištění. Metoda je co nejvíce v souladu s metodou popsanou pro PCB (viz EN 16167).

Tento dokument je výsledkem studie „Horizontální evropská norma pro PAH v kalech, půdě a biodpadu“ v projektu „Horizontal“ a jeho cílem je zhodnotit poslední vývoj v hodnocení PAH v kalech, půdě, upraveném biodpadu a podobných matricích. Po hodnotící studii, při které byla studována robustnost této metody, se uskutečnila validace návrhu normy v evropském měřítku. O výsledcích studie dokumentů a hodnotící a validační studie diskutovali všechny zúčastněné strany, zahrnuté v CEN.

Tato norma je použitelná a validovaná pro několik typů matric, jak je uvedeno v tabulce 1 (viz také příloha A s výsledky validace).

Tabulka 1 – Matrice, pro které je tato norma použitelná a validovaná

Matrice	Materiály použité pro validaci
Kal	Čistírenský kal
Biodpad	Čerstvý kompost
Půda	Písčítá půda

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.

1 Předmět normy

Tato norma popisuje stanovení 16 polycyklických aromatických uhlovodíků (PAH) (viz tabulka 2) v kalech, půdách a upraveném bioodpadu s použitím GC-MS a HPLC-UV-DAD/FLD, pokrývající široký rozsah úrovní kontaminace PAH (viz také příloha B).

Při použití fluorescenční detekce není možné měřit acenaftylen.

Tabulka 2 – Polycyklické aromatické uhlovodíky, které mohou být analyzovány s použitím této normy

Sledovaný analyt	CAS-RN^a
Naftalen	91-20-3
Acenaften	83-32-9
Acenaftylen	208-96-8
Fluoren	86-73-7
Anthracen	120-12-7
Fenanthren	85-01-8
Fluoranthren	206-44-0
Pyren	129-00-0
Benzo[<i>a</i>]anthracen	56-55-3
Chrysen	218-01-9
Benzo[<i>b</i>]fluoranthren	205-99-2
Benzo[<i>k</i>]fluoranthren	207-08-9
Benzo[<i>a</i>]pyren	50-32-8
Indeno[1,2,3- <i>cd</i>]pyren	193-39-5
Dibenzo[<i>a,h</i>]anthracen	53-70-3
Benzo[<i>g,h,i</i>]perylene	191-24-2

^a CAS-RN Registrační číslo služby
Chemických Abstrakt (Chemical Abstracts
Service Registry Number).

Mez detekce závisí na stanovovaných látkách, na použitém vybavení, na kvalitě chemikálií použitých pro extrakci vzorku a čištění extraktu.

Obvykle může být pro každý jednotlivý PAH zajištěna mez stanovitelnosti 0,01 mg/kg (v sušině). Mez stanovitelnosti závisí na přístroji a na vzorku.

Kaly, půdy a upravený bioodpad mohou mít různé vlastnosti a také různé očekávané úrovně kontaminace PAH a přítomnost rušivých látek. Vzhledem k těmto rozdílům není možné popsat jeden obecný postup. Tato norma obsahuje rozhodovací tabulky uvádějící vlastnosti vzorku a způsob extrakce a čištění, který může být použit. Jsou popsány dva obecné postupy, a to míchání (třepání) nebo použití Soxhletovy extrakce/tlakové extrakce kapalinou.

POZNÁMKA Touto metodou lze analyzovat také další sloučeniny PAH, pokud byla prokázána její vhodnost (byla validována).

Konec náhledu - text dále pokračuje v placené verzi ČSN.