

2019

Půdy, upravený bioodpad a kaly – Stanovení polychlorovaných bifenyků (PCB) plynovou chromatografií s detekcí hmotnostní spektrometrií (GC-MS) a plynovou chromatografií s detektorem elektronového záchytu (GC-ECD) ČSN EN 16167 83 8153

Soil, treated biowaste and sludge – Determination of polychlorinated biphenyls (PCB) by gas chromatography with mass selective detection (GC-MS) and gas chromatography with electron-capture detection (GC-ECD)

Sols, biodéchets traités et boues – Dosage des polychlorobiphényles (PCBs) par chromatographie en phase gazeuse-spectrométrie gazeuse couplée avec un détecteur de masse (CG-SM) ou un détecteur par capture d'électrons (CG-ECD)

Boden, behandelter Bioabfall und Schlamm – Bestimmung von polychlorierten Biphenylen (PCB) mittels Gaschromatographie mit Massenspektrometrie-Kopplung (GC-MS) und Gaschromatographie mit Elektroneneinfangdetektion (GC-ECD)

Tato norma je českou verzí evropské normy EN 16167:2018. Překlad byl zajištěn Českou agenturou pro standardizaci. Má stejný status jako oficiální verze.

This standard is the Czech version of the European Standard EN 16167:2018. 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 EN 16167 (83 8153) z února 2013.

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;
- doplnění nové přílohy C Metoda výpočtu pro odhad obsahu PCB.

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 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)

ČSN EN 12766-2 (65 6205) Ropné výrobky a upotřebené oleje - Stanovení PCB a příbuzných sloučenin - Část 2: Výpočet obsahu polychlorovaného bifenyly (PCB)

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 16181 (83 8155) Půdy, upravený bioodpad a kaly - Stanovení polycyklických aromatických uhlovodíků (PAH) plynovou chromatografií (GC) a vysokoúčinnou kapalinovou chromatografií (HPLC)

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

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

ČSN ISO 5725-2 (01 0251) Přesnost (pravdivost a preciznost) metod a výsledků měření - Část 2: Základní metoda pro stanovení opakovatelnosti a reprodukovatelnosti normalizované metody měření

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.

EVROPSKÁ NORMA
EUROPEAN STANDARD
NORME EUROPÉENNE
EUROPÄISCHE NORM

EN 16167

Srpen 2018

ICS 13.030.01; 13.080.10
EN 16167:2012

Nahrazuje

Půdy, upravený bioodpad a kaly – Stanovení polychlorovaných bifenyků (PCB) plynovou chromatografií s detekcí hmotnostní spektrometrií (GC-MS) a plynovou chromatografií s detektorem elektronového záchytu (GC-ECD)

Soil, treated biowaste and sludge – Determination of polychlorinated biphenyls (PCB) by gas chromatography with mass selective detection (GC-MS) and gas chromatography with electron-capture detection (GC-ECD)

Sols, biodéchets traités et boues – Dosage des polychlorobiphényles (PCBs) par chromatographie en phase gazeuse-spectrométrie gazeuse couplée avec un détecteur de masse (GC-SM) ou un détecteur par capture d'électrons (GC-ECD)	Boden, behandelte Bioabfall und Schlamm – Bestimmung von polychlorierten Biphenylen (PCB) mittels Gaschromatographie mit Massenspektrometrie-Kopplung (GC-MS) und Gaschromatographie mit Elektroneneinfangdetektion (GC-ECD)
---	--

Tato evropská norma byla schválena CEN dne 2018-03-20.

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.



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 16167:2018 E

jsou celosvětově vyhrazena národním členům CEN.

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, Švédsko, Švýcarsko a Turecko.

Evropská předmluva.....	5
Úvod.....	6
1..... Předmět normy.....	7
2..... Citované dokumenty.....	7
3..... Termíny a definice.....	8
4..... Podstata zkoušky.....	8
5..... Rušivé vlivy.....	9
6..... Poznámky k bezpečnosti práce.....	9
7..... Chemikálie.....	9
8..... Přístroje a pomůcky.....	14
9..... Uchovávání a konzervace vzorků.....	16
9.1..... Uchovávání vzorků.....	16
9.2..... Úprava vzorků.....	16

10..... Postup zkoušky.....	16
10.1.... Slepé stanovení.....	16
10.2.... Extrakce.....	16
10.3.... Zkoncentrování.....	18
10.4.... Čištění extraktu.....	18
10.5.... Přídavek nástřikového standardu.....	21
10.6.... Analýza plynovou chromatografií (GC).....	21
10.7.... Hmotnostní spektrometrie (MS).....	22
10.8.... Detekce detektorem elektronového záchytu (ECD).....	25
11..... Charakteristiky výkonnosti.....	26
12..... Preciznost.....	26
13..... Protokol o zkoušce.....	26
Příloha A (informativní) Údaje o opakovatelnosti a reprodukovatelnosti.....	27
Příloha B (informativní) Příklady retenčních časů PCB.....	29
Příloha C (informativní) Metoda výpočtu pro odhad celkového obsahu PCB.....	30

Bibliografie.....	
.....	33

Evropská předmluva

Tento dokument (EN 16167:2018) vypracovala technická komise CEN/TC 444 *Zkušební metody pro environmentální charakterizaci pevných matric*, jejíž sekretariát zajišťuje NEN.

Této evropské normě je nutno nejpozději do února 2019 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 února 2019.

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 EN 16167:2012.

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

CEN vypracoval 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 povinný 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

Polychlorované bifenyly (PCB) byly často používány jako aditiva v průmyslových aplikacích 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 záchyty (GC-ECD), která následuje po odběru vzorků, jejich úpravě, extrakci a čištění.

Tato norma byla vyvinuta v evropském projektu 'HORIZONTAL'. Je výsledkem studie „3-12 PCB“ a vyhodnocuje poslední vývoj v hodnocení PCB v kalech, půdách, upraveném bioodpadu a podobných matricích. Tato norma bere v úvahu různé matrice a možné interferující látky a nepopisuje pouze jediný možný způsob práce. Je možné si vybrat několik postupů, zejména pokud jde o čištění. Je možná detekce s použitím MS nebo ECD. Jsou popsány tři různé postupy extrakce a 11 postupů čištění. Aby bylo možné provádět vnitřní kontrolu vybraného způsobu extrakce a čištění, popisuje norma použití vnitřního a nástřikového standardu. Metoda je pokud možno ve shodě s metodou popsanou pro PAH (viz EN 16181). Byla zkoušena její robustnost.

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
Bioodpad	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 specifikuje metodu kvantitativního stanovení sedmi vybraných polychlorovaných bifenyľů (PCB28, PCB52, PCB101, PCB118, PCB138, PCB153 a PCB180) v kalech, upraveném bioodpadu a půdách s použitím GC-MS a GC-ECD (viz tabulka 2).

Tabulka 2 - Sledované analyty

Sledovaný analyt		CAS-RN^a
PCB28	2,4,4'-trichlorbifenyl	7012-37-5
PCB52	2,2',5,5'-tetrachlorbifenyl	35693-99-3
PCB101	2,2',4,5,5'-pentachlorbifenyl	37680-73-2
PCB118	2,3',4,4',5-pentachlorbifenyl	31508-00-6
PCB138	2,2',3,4,4',5'-hexachlorbifenyl	35065-28-2
PCB153	2,2',4,4',5,5'-hexachlorbifenyl	35065-27-1
PCB180	2,2',3,4,4',5,5'-heptachlorbifenyl	35065-29-3

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

Mez detekce závisí na jednotlivých analytech, na použitém vybavení, na kvalitě chemikálií použitých při extrakci vzorku a na čištění extraktu.

Za podmínek uvedených v této normě je možné dosáhnout meze stanovitelnosti 1 µg/kg (v sušině).

Kaly a upravený bioodpad se mohou lišit jak svými vlastnostmi, tak očekávanými úrovněmi kontaminace PCB a přítomností interferujících 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 se může použít.

Konec náhledu - text dále pokračuje v placené verzi ČSN.