

2021

Environmentální pevné matrice - Stanovení polychlorovaných bifenyliů (PCB) plynovou chromatografií s detekcí hmotnostní spektrometrií (GC-MS) nebo s detekcí elektronového záchytu (GC-ECD)	ČSN EN 17322 83 8153
--	----------------------------

Environmental Solid Matrices - Determination of polychlorinated biphenyls (PCB) by gas chromatography - mass selective detection (GC-MS) or electron-capture detection (GC-ECD)

Matrices solides environnementales - Dosage des polychlorobiphényles (PCB) par chromatographie en phase gazeuse-spectrométrie de masse (CG-SM) ou chromatographie en phase gazeuse avec détection par capture d'électrons (CG-ECD)

Feststoffe in der Umwelt - Bestimmung von polychlorierten Biphenylen (PCB) mittels Gaschromatographie und massenspektrometrischer Detektion (GC-MS) oder Elektronen-Einfang-Detektion (GC-ECD)

Tato norma je českou verzí evropské normy EN 17322:2020. Překlad byl zajištěn Českou agenturou pro standardizaci. Má stejný status jako oficiální verze.

This standard is the Czech version of the European Standard EN 17322:2020. It was translated by the Czech Standardization Agency. It has the same status as the official version.

Nahrazení předchozích norem

Touto normou se nahrazují ČSN EN 15308 (83 8028) z dubna 2017 a ČSN EN 16167 (83 8153) z března 2019.

Národní předmluva

Změny proti předchozím normám

Hlavní změny proti předchozímu vydání jsou uvedeny v předmluvě.

Informace o citovaných dokumentech

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

Související 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 15308:2017 (83 8028) Charakterizace odpadů – Stanovení vybraných polychlorovaných bifenyly (PCB) v pevných odpadech plynovou chromatografií s detektorem elektronového záchytu nebo s detekcí hmotnostní spektrometrií

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

ČSN EN ISO 5667-13 (75 7051) Jakost vod – Odběr vzorků – Část 13: Návod pro odběr vzorků kalů

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 5667-12 (75 7051) Kvalita vod – Odběr vzorků – Část 12: Návod pro odběr vzorků dnových sedimentů z řek, jezer a z oblastí ústí řek

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

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

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

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

Upozornění na národní poznámky

Do normy byla k tabulce C.3 doplněna národní poznámka.

Vypracování normy

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

Pracovník České agentury pro standardizaci: Ing. Barbara Aksamitová

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 17322

Červenec 2020

ICS 13.030.01; 13.030.10; 13.030.20; 13.080.10
EN 16167:2018

Nahrazuje EN 15308:2016,

Environmentální pevné matrice – Stanovení polychlorovaných bifenyly (PCB) plynovou chromatografií s detekcí hmotnostní spektrometrií (GC-MS) nebo s detekcí elektronového záchytu (GC-ECD)

Environmental Solid Matrices – Determination of polychlorinated biphenyls (PCB) by gas chromatography - mass selective detection (GC-MS) or electron-capture detection (GC-ECD)

Matrices solides environnementales – Dosage des polychlorobiphényles (PCB) par chromatographie en phase gazeuse-spectrométrie de masse (CG-SM) ou chromatographie en phase gazeuse avec détection par capture d'électrons (CG-ECD)

Feststoffe in der Umwelt – Bestimmung von polychlorierten Biphenylen (PCB) mittels Gaschromatographie und massenspektrometrischer Detektion (GC-MS) oder Elektronen-Einfang-Detektion (GC-ECD)

Tato evropská norma byla schválena CEN dne 2020-06-15.

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.

Členy CEN jsou národní normalizační orgány Belgie, Bulharska, České republiky, Dánska, Estonska, Finska, Francie, Chorvatska, Irska, Islandu, Itálie, Kypru, Litvy, Lotyšska, Lucemburska, Maďarska, Malty, Německa,

Nizozemska, Norska, Polska, Portugalska, Rakouska, Republiky Severní Makedonie, Rumunska, Řecka, Slovenska, Slovinska, Spojeného království, Srbska, Španělska, Švédsko, 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

© 2020 CEN Veškerá práva pro využití v jakémkoliv formě a jakýmikoliv prostředky

EN 17322:2020 E

jsou celosvětově vyhrazena národním členům CEN.

Ref. č.

Evropská předmluva.....	5
Úvod.....	6
1..... Předmět normy.....	7
2..... Citované dokumenty.....	7
3..... Termíny a definice.....	8
4..... Podstata zkoušky.....	9
5..... Rušivé vlivy.....	9
6..... Poznámky k bezpečnosti práce.....	10
7..... Chemikálie.....	10
7.1..... Obecně.....	10
7.2..... Chemikálie pro extrakci.....	10
7.3..... Chemikálie pro čištění.....	10
7.4..... Analýza plynovou chromatografií.....	13

7.5..... Standardy.....	13
7.6..... Příprava roztoků standardů.....	14
8..... Přístroje a pomůcky.....	15
8.1..... Postupy extrakce a čištění.....	15
8.2..... Plynový chromatograf.....	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
10.3.... Zkoncentrování.....	19
10.4.... Čištění extraktu.....	19
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.....	
.....	27
12.....	
Preciznost.....	
.....	27
13.....	Protokol
o zkoušce.....	
.....	27
Příloha A (informativní) Údaje o opakovatelnosti	
a reprodukovatelnosti.....	28
A.1.....	Materiály použité při mezilaboratorní porovnávací
studii.....	28
A.2.....	Výsledky mezilaboratorního
porovnání.....	29
Příloha B (informativní) Příklady podmínek plynové chromatografie a retenčních časů	
PCB.....	32
Příloha C (informativní) Metoda výpočtu pro odhad celkového obsahu	
PCB.....	33
Bibliografie	
.....	40

Evropská předmluva

Tento dokument (EN 17322:2020) byl vypracován technickou komisí CEN/TC 444 *Environmentální charakterizace pevných matric*, jejíž sekretariát zajišťuje NEN.

Této evropské normě je nutno nejpozději do ledna 2021 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 ledna 2021.

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 16167:2018 a EN 15308:2016.

Tento dokument vznikl spojením EN 16167:2018 a EN 15308:2016, s menšími technickými úpravami.

Podle vnitřních předpisů CEN/CENELEC jsou tuto evropskou normu povinny zavést národní normalizační organizace následujících zemí: Belgie, Bulharska, České republiky, Dánska, Estonska, Finska, Francie, Chorvatska, Irska, Islandu, Itálie, Kypru, Litvy, Lotyšska, Lucemburska, Maďarska, Maltu, Německo, Nizozemska, Norska, Polsko, Portugalsko, Rakousko, Republiky Severní Makedonie, Rumunsko, Řecko, Slovensko, Slovinsko, Spojeného království, Srbsko, Španělsko, 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 záchytu (GC-ECD), která následuje po odběru vzorků, jejich úpravě, extrakci a čištění.

Tento dokument vznikl spojením EN 16167:2018, původně vypracované jako technická specifikace CEN v evropském projektu 'HORIZONTAL' a validované CEN/TC 400 s podporou BAM, s EN 15308, vydanou CEN/TC 292.

Tento dokument 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 dva různé postupy extrakce a 9 postupů čištění. Aby bylo možné provádět vnitřní kontrolu vybraného způsobu extrakce a čištění, je popsáno použití vnitřního a nástríkového standardu. Metoda je pokud možno ve shodě s metodou popsanou pro PAH (EN 16181:2018 a EN 15527:2008). Byla zkoušena její robustnost.

Tento dokument je použitelný a validovaný 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
Půdy	Písečná půda Směs půdy z okolí Berlína (Německo) a německé referenční půdy neobsahující PCB
Kaly	Směs kalů z městské čistírny odpadních vod ze Severního Porýní-Vestfálska (Německo)
Bioodpad	Směs kompostu z okolí Berlína (Německo) a kalů ze Severního Porýní-Vestfálska (Německo)
Odpady	Kontaminovaná půda, stavební suť, odpadní dřevo, odpad z těsnění, elektroodpad, lehké frakce po mechanické úpravě (šředování), kabelová drť

UPOZORNĚNÍ Pracovníci používající tento dokument mají ovládat běžnou laboratorní praxi. Není účelem tohoto dokumentu uvádět všechny bezpečnostní problémy, které souvisí s jeho 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 tohoto dokumentu prováděli náležitě kvalifikovaní pracovníci.

1 Předmět normy

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

Tabulka 2 – Sledované analyty

Sledovaný analyt		CAS-RN ^a
PCB28	2,4,4'-trichlorbifenyľ	7012-37-5
PCB52	2,2',5,5'-tetrachlorbifenyľ	35693-99-3
PCB101	2,2',4,5,5'-pentachlorbifenyľ	37680-73-2
PCB118	2,3',4,4',5-pentachlorbifenyľ	31508-00-6
PCB138	2,2',3,4,4',5'-hexachlorbifenyľ	35065-28-2
PCB153	2,2',4,4',5,5'-hexachlorbifenyľ	35065-27-1
PCB180	2,2',3,4,4',5,5'-heptachlorbifenyľ	35065-29-3

^a CAS-RN Chemical Abstracts Service Registry Number (Registrační číslo služby Chemický 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 tomto dokumentu je možné dosáhnout meze stanovitelnosti od 1 mg/kg (v sušině) pro půdy, kaly a bioodpad do 10 mg/kg (v sušině) pro pevné odpady. U některých specifických vzorků nelze dosáhnout meze 10 mg/kg.

Kaly, odpady a upravený bioodpad se smí lišit jak svými vlastnostmi, tak očekávanými úrovněmi kontaminace PCB a přítomností interferujících látek. Vzhledem k těmto rozdílům není možné popsat jeden obecný postup. Tento dokument obsahuje rozhodovací tabulky uvádějící vlastnosti vzorku a způsob extrakce a čištění, který se může použít.

POZNÁMKA V případě analýzy PCB v izolačních kapalinách, ropných výrobcích, použitých 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, za předpokladu, že byla provedena vhodná interní validační zkouška.

Konec náhledu - text dále pokračuje v placené verzi ČSN.