

2006

Stacionární zdroje emisí - Stanovení hmotnostní
koncentrace PCDD/PCDF a dioxinům podobných PCB -
Část 1: Vzorkování PCDD/PCDF

ČSN
EN 1948-1

83 4745

Stationary source emissions - Determination of mass concentration of PCDDs/PCDFs and dioxin-like PCBs -

Part 1: Sampling of PCDDs/PCDFs

Emissions de sources fixes - Détermination de la concentration massique en PCDD/PCDF et PCB de type dioxine -

Partie 1: Prélèvement

Emissionen aus stationären Quellen - Bestimmung der Massenkonzentration von PCDD/PCDF und dioxin-ähnlichen

PCB - Teil 1: Probenahme von PCDD/PCDF

Tato norma je českou verzí evropské normy EN 1948-1:2006. Překlad byl zajištěn Českým normalizačním institutem. Má stejný status jako oficiální verze uvedené evropské normy.

This standard is the Czech version of the European Standard EN 1948-1:2006. It was translated by Czech Standards Institute. It has the same status as the official version.

Nahrazení předchozích norem

Touto normou se nahrazuje ČSN EN 1948-1 (83 4745) z července 1998.



© Český normalizační institut,
2006

77053

Podle zákona č. 22/1997 Sb. smějí být české technické normy rozmnožovány
a rozšiřovány jen se souhlasem Českého normalizačního institutu.

Národní předmluva

Informace o citovaných normativních dokumentech

EN 1948-2:2006 zavedena v ČSN EN 1948-2 (83 4745) Stacionární zdroje emisí - Stanovení hmotnostní koncentrace PCDD/PCDF a dioxinům podobných PCB - Část 2: Extrakce a čištění PCDD/PCDF

EN 1948-3:2006 zavedena v ČSN EN 1948-3 (83 4745) Stacionární zdroje emisí - Stanovení hmotnostní koncentrace PCDD/PCDF a dioxinům podobných PCB - Část 3: Identifikace a stanovení PCDD/PCDF

EN 13284-1 zavedena v ČSN EN 13284-1 (83 4617) Stacionární zdroje emisí - Stanovení nízkých hmotnostních koncentrací prachu - Manuální gravimetrická metoda

EN 14789 zavedena v ČSN EN 14789 (83 4730) Stacionární zdroje emisí - Stanovení kyslíku (O₂) - Referenční metoda - Paramagnetická metoda

EN 14790 zavedena v ČSN EN 14790 (83 4731) Stacionární zdroje emisí - Stanovení vodní páry v potrubí

EN ISO/IEC 17025:2005 zavedena v ČSN EN ISO/IEC 17025 (01 5253) Posuzování shody - Všeobecné požadavky na způsobilost zkušebních a kalibračních laboratoří

Souvisící ČSN

ČSN ISO 31-0 (01 1300) Veličiny a jednotky. Část 0: Všeobecné zásady

ČSN ISO 31-8 (01 1300) Veličiny a jednotky. Část 8: Fyzikální chemie

Upozornění na národní poznámky

Do normy byly k předmluvě, k článkům 6.1.8, 9.3.4.2, 9.4, 9.5 a k příloze B doplněny informativní národní poznámky.

Vypracování normy

Zpracovatel: Vysoká škola chemicko-technologická v Praze, Doc.Ing. František Skácel, CSc.
a Ing. Viktor Tekáč, Ph.D.

Technická normalizační komise: TNK č. 117 „Kvalita ovzduší“

Pracovník Českého normalizačního institutu: Ing. Linda Pleštilová

EVROPSKÁ NORMA	EN 1948-1
EUROPEAN STANDARD	
NORME EUROPÉENNE	
EUROPÄISCHE NORM	Březen 2006

Stacionární zdroje emisí - Stanovení hmotnostní koncentrace PCDD/PCDF
a dioxinům podobných PCB -
Část 1: Vzorování PCDD/PCDF
Stationary source emissions - Determination of mass concentration
of PCDDs/PCDFs and dioxin-like PCBs -
Part 1: Sampling of PCDDs/PCDFs

Emissions de sources fixes - Détermination de la concentration massique en PCDD/PCDF et PCB de type dioxine - Partie 1: Prélèvement	Emissionen aus stationären Quellen - Bestimmung der Massenkonzentration von PCDD/PCDF und dioxin-ähnlichen PCB - Teil 1: Probenahme von PCDD/PCDF
--	---

Tato evropská norma byla schválena CEN 2006-01-23.

Členové CEN jsou povinni splnit Vnitřní předpisy CEN/CENELEC, v nichž jsou stanoveny podmínky, za kterých se musí této evropské normě bez jakýchkoliv modifikací dát status národní normy. Aktualizované seznamy a bibliografické citace týkající se těchto národních norem lze obdržet na vyžádání v Řídicím centru 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, má stejný status jako oficiální verze.

Členy CEN jsou národní normalizační orgány Belgie, České republiky, Dánska, Estonska, Finska, Francie, Irsko, Islandu, Itálie, Kypru, Litvy, Lotyšska, Lucemburska, Maďarska, Malty, Německa, Nizozemska, Norska, Polska, Portugalska, Rakouska, Řecka, Slovenska, Slovinska, Spojeného království, Španělska, Švédska a Švýcarska.

CEN

Evropský výbor pro normalizaci

European Committee for Standardization

Comité Européen de Normalisation

Europäisches Komitee für Normung

Řídicí centrum: rue de Stassart 36, B-1050 Brusel

© 2006 CEN Veškerá práva pro využití v jakékoli formě a jakýmikoli prostředky

Ref. č. EN 1948-1:2006 E

jsou celosvětově vyhrazena národním členům CEN.

Předmluva

Tato evropská norma (EN 1948-1:2006) byla vypracována technickou komisí CEN/TC 264 „Kvalita ovzduší“, jejíž sekretariát zajišťuje DIN.

Této evropské normě je nutno nejpozději do září 2006 dát 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 září 2006.

Je třeba věnovat pozornost skutečnosti, že některé části této normy mohou být předmětem patentových práv. CEN (nebo CENELEC) za identifikaci jednoho či více těchto patentových práv nezodpovídá.

Tato evropská norma nahrazuje EN 1948-1:1996.

Tato evropská norma byla vypracována s mandátem uděleným CEN Evropskou komisí a Evropskou asociací volného obchodu. Odpovídá základním požadavkům Směrnice 94/67/ES ze dne 16. prosince 1994 o spalování nebezpečných odpadů [i]. Tato směrnice je nyní nahrazena Směrnicí Evropského parlamentu a Rady 2000/76/ES ze dne 4. prosince 2000 o spalování odpadů [ii] a tato evropská norma proto odpovídá základním požadavkům této nové Směrnice EU 2000/76/ES (viz Příloha E).

Shodnost*) a charakteristiky byly určeny v letech 1992 až 1995 v průběhu čtyř srovnávacích a validačních zkoušek prováděných ve spalovnách odpadů a financovaných Evropskou komisí, Evropským sdružením volného obchodu a Německou spolkovou agenturou pro ochranu životního prostředí.

Revize této EN provedená v letech 2001 až 2004 se týkala pouze normativní části. Informace uvedené v informativních přílohách, jako jsou příklady postupu, nebyly změněny, protože odpovídaly tehdejší úrovni znalostí nabytých v průběhu validačních zkoušek EN 1948:1996 prováděných v rozmezí let 1992 až 1995.

Tato evropská norma EN 1948:2006 sestává ze tří částí věnovaných stanovení hmotnostní koncentrace PCDD a PCDF v emisích stacionárních zdrojů:

Část 1: Vzorkování PCCD/PCDF;

Část 2: Extrakce a čištění PCCD/PCDF;

Část 3: Identifikace a stanovení PCCD/PCDF.

Pro stanovení dioxinů jsou nezbytné všechny tři uvedené části.

Pro vzorkování, extrakci a analýzu PCB podobných dioxinům je vypracována technická specifikace CEN/TS 1948-4¹⁾, která po provedení příslušných validačních zkoušek nebo po uplynutí doby tří let pro schválení bude převedena na evropskou normu.

Důležité změny provedené touto revizí EN 1948-1:

1. **Název:** Rozšíření názvu s ohledem na budoucí EN 1948-4 pro stanovení PCB podobných dioxinům
2. **Předmluva:**
 - Odstranění všech předběžných dokumentů použitých při přípravě EN 1948 a názvy všech normalizačních orgánů zúčastněných na přípravě EN 1948
 - Doplnění nejnovějších informací týkajících se mandátů tohoto normalizačního projektu a splnění základních požadavků Směrnice EU 94/67/ES a 2000/76/ES
 - Doplnění poznámkou, že tato revize se týká pouze normativních částí této normy. Informativní příloha B

„Příklady postupu“ zůstaly nezměněny a odpovídají odpovídaly tehdejší úrovni znalostí nabytých v průběhu validačních zkoušek EN 1948:1996 prováděných v rozmezí let 1992 až 1995.

- Doplnění poznámkou týkající se budoucí normy EN 1948-4 věnované analýzám PCB

*) **NÁRODNÍ POZNÁMKA 1** V souvislosti se zavedením mezinárodní normy ISO 6879:1995 do soustavy českých technických norem je nutné upozornit na změny používání termínů "přesnost" a "správnost" oproti běžným a v praxi používaným termínům (odborná literatura, starší technické normy, vysokoškolská skripta a učebnice, některé právní dokumenty apod.).

Při zavádění mezinárodních norem ISO z oblasti statistiky do soustavy českých norem (zejména ISO 3534-1, ISO 3534-2 a ISO 5725) byl pro překlad termínu „accuracy“ použit nově český ekvivalent „přesnost“ a pro „precision“ český ekvivalent „shodnost, příp. preciznost“.

- 1) Bude publikována.

Strana 5

3. **Úvod:** Nové ustanovení, že postupů uvedených v této evropské normě (stejně jako EN 1948-2 a EN 1948-3) by měli používat pouze zkušení pracovníci, kteří jsou vyškoleni v nakládání s vysoce toxickými sloučeninami

4. **Předmět normy:**

- Doplnění ustanovením, že EN 1948 lze použít pro široká rozmezí hmotnostních koncentrací a různé zdroje emisí
- Doplnění poznámkou, že popsané měřicí metody jsou vhodné i pro stanovení netěkavých látek, např. PCB

5. **Normativní odkazy:**

- Doplnění nejnovějších odkazů na EN 1948-2:2006 a EN 1948-3:2006
- Odkaz na EN 13284-1:2001 týkající se stanovení nízkých hmotnostních koncentrací prachu namísto ISO 9096, z toho vyplývající vypuštění odkazu na ISO 9096 a jeho narazení odkazem na EN 13284-1:2001
- Vypuštění odkazu na ISO 4793:1980

6. **Kapitola 3 Termíny a definice:**

- Rozdělení na kapitulu 3 „Termíny a definice“ a kapitulu 4 „Značky a zkratky“ a následné odlišné číslování následujících kapitol

- Upravená definice „terénního slepého pokusu“
- Upravená definice „analytického slepého pokusu“
- Upravená definice „vzorkovacího standardu“
- Termín „nástržkový standard“ přejmenován na „standard pro určení výtěžnosti“
- Upravená definice „standardu pro určení výtěžnosti“: pouze pro dioxiny
- Doplněna definice „PCB s vlastnostmi dioxinů“
- Doplněna definice „objem vzorku odpadního plynu“
- Doplněna definice „série měření“ a „jednorázový odběr vzorků“
- Upravená definice a požadavky izokinetického odběru vzorku podle EN 13284-1
- Doplněna definice a výpočet meze detekce
- Doplněny definice WHO pro TEF a TEQ

7. **Článek 5.1 Odběr vzorku:**

- Další ustanovení o tom, že vzorek plynu může mít vyšší teplotu než 20 °C/40 °C (v závislosti na použité metodě odběru vzorku), pokud se prokáže shoda získaných výsledků
- Úprava výkladu týkající se poklesu teploty pod teplotu rosného bodu a nárůstu relativní vlhkosti

8. **Článek 6.1 Vzorkovací zařízení:**

- Rozšíření části věnované vzorkovacímu zařízení, vypuštění částí 5.1.1 až 5.1.4 týkajících se určitých kombinací zařízení pro různé metody odběru vzorku, protože detailní popis je uveden v příloze B
- Doplnění poznámkou o obsahu kyslíku a jeho vlivu na charakteristiky
- Sjednocení požadavků na vzorkovací zařízení s existujícími normami EN 13284-1, EN 14790, EN 14789

9. **Článek 6.2 Materiály:** Rozšíření požadavků na materiály

10. **Článek 6.3 Čištění vzorkovacího zařízení:** Nový článek 6.3

11. **Článek 7.1 Validační kritéria metody:**

- Požadavky na účinnost plochého filtru podle EN 13284-1:2001
- Úprava validačního kritéria týkající se objemu vzorku odpadního plynu
- Doplnění validačního kritéria týkajícího se průměrné teploty adsorbéru

12. **Článek 7.2 Požadavky na odběr vzorku:**

- Vypuštěna maximální doba odběru vzorku 8 h
- Terénní slepý pokus musí být proveden v souladu s novým článkem 7.3
- Doplnění požadavku týkajícího se meze stanovitelnosti podle EN 1948-3, doplnění vztahu pro výpočet meze stanovitelnosti podle EN 1948-3, doplnění poznámek týkajících se minimálního objemu vzorku plynu a minimální doby odběru vzorku podle směrnice 2000/76/ES
- Doplnění spikovaných částí zařízení

13. **Článek 7.3 Požadavky na terénní slepý pokus:** Nová část týkající se doplněného a upraveného souboru požadavků na terénní slepý pokus

14. Články 7.4, 7.5, 7.6 Další minimální požadavky na odběr vzorku 3 různými metodami:

- Doplnění poznámky pod čarou, uvádějící, že k předcházení chemickým reakcím na aktivovaných površích je u filtračně-kondenzační metody požadována mezní teplota filtru 125 °C
- Vypuštění požadavku na připojení vzorkovacího zařízení podle obrázků v příloze B
- Vypuštění požadavku na chlazení vzorku plynu na maximální přípustnou teplotu 20 °C nebo 40 °C

15. **Článek 9.3.4.2 Výměna vzorkovacího potrubí:** Další požadavek na zkoušku těsnosti mezi odběry vzorků

16. **Článek 9.3.5.1 Výtěžnost vzorku ze vzorkovací trati:** Další požadavek týkající se oplachu zařízení, při němž se oplachový roztok stává součástí vzorku

17. **Článek 9.3.5.2 Uchovávání vzorku:** Vypuštění požadavku na uchovávání vzorku při teplotě nižší než 4 °C. Další požadavek na použití šroubových uzávěrů s těsněním z hliníku při uchovávání

18. **Článek 9.4 Výpočet objemu vzorku:** Oprava vztahu pro přepočet na normální podmínky

19. **Článek 9.5 Protokol o odběru vzorku:**

- Doplnění obsahu a významu protokolu o odběru vzorku
- Doplnění požadavků na identifikaci použitých částí vzorkovacího zařízení
- Sladění požadavků na izokinetický odběr vzorku s EN 13284-1:2001

20. **Příloha A:** Revize a doplnění nejnovějších informací týkajících se toxicity PCDD/PCDF podle požadavků WHO

21. **Příloha B:** Doplnění literárních odkazů

22. **Příloha B.1.5b:** Úprava umístění filtru
23. **Příloha E/F:** Vypuštění ustanovení týkajících se stanovení vodní páry a kyslíku
24. **Příloha E:** Doplnění nejnovějších informací týkajících se mandátu normalizačního projektu a splnění základních požadavků Směrnic EU 94/67/ES a 2000/76/ES
25. **Bibliografie:** Doplněna novými odkazy

Podle Vnitřních předpisů CEN/CENELEC jsou tuto evropskou normu povinny zavést národní normalizační organizace následujících zemí: Belgie, České republiky, Dánska, Estonska, Finska, Francie, Irsko, Island, Itálie, Litvy, Lotyšsko, Lucembursko, Kypr, Maďarsko, Malta, Německo, Nizozemsko, Norsko, Polsko, Portugalsko, Rakousko, Řecko, Slovensko, Slovinsko, Spojeného království, Španělsko.

Strana 7

Obsah

Strana

Úvod

..... 8

1 Předmět
normy

.. 8

2 Citované normativní
dokumenty..... 8

3 Termíny a
definice 9

4 Značky a
zkratky
11

4.1
Obecné
..... 11

4.2 Kongenery
PCDD/PCDF 12

5 Podstata celkového postupu měření

PCDD/PCDF.....	12
----------------	----

5.1 Odběr vzorku

..... 12

5.2 Extrakce a čištění

..... 14

5.3 Identifikace a stanovení

..... 14

6 Vzorkovací zařízení a materiály.....

14

6.1 Vzorkovací zařízení

..... 14

6.2

Materiály

..... 15

6.3 Čištění vzorkovacího zařízení.....

16

7 Minimální požadavky na odběr vzorku.....

17

7.1 Validační kritéria

..... 17

7.2 Minimální požadavky na odběr vzorku.....

17

7.3 Požadavky na terénní slepý pokus.....

18

7.4 Další minimální požadavky na odběr vzorku filtračně-kondenzační metodou.....

19

7.5 Další minimální požadavky na odběr vzorku zředovací metodou.....

19

7.6 Další minimální požadavky na odběr vzorku metodou s chlazenou sondou.....

19

8	Bezpečnostní opatření a přeprava vzorků.....	19
9	Příprava a odběr vzorků.....	19
9.1	Příprava na vzorkovacím stanovišti.....	19
9.2	Laboratorní příprava.....	20
9.3	Odběr vzorku na stanovišti.....	20
9.4	Výpočet objemu odpadního plynu.....	21
9.5	Protokol o odběru vzorku.....	22
Příloha A	(informativní) Toxicita a její ekvivalenty.....	24
Příloha B	(informativní) Příklady postupu odběru vzorku.....	26
Příloha C	(informativní) Příklady sorbentů a postup jejich přípravy a čištění.....	48
Příloha D	(informativní) Záznam o odběru vzorku.....	49
Příloha E	(informativní) Vztah ke směrnici EU.....	52
	Bibliografie.....	53

Úvod

Polychlorované dibenzodioxiny (PCDD) a polychlorované dibenzofurany (PCDF) jsou dvě skupiny příbuzných chlorovaných aromatických etherů. Skládají se celkem z 210 chemických individuů (kongenerů): 75 PCDD a 135 PCDF.

PCDD a PCDF mohou vznikat při hoření organických materiálů. Vznikají také jako nežádoucí vedlejší produkty při výrobě nebo dalším zpracování chlorovaných organických sloučenin. PCDD a PCDF vstupují do životního prostředí emisemi a použitím kontaminovaných materiálů. Vyskytují se obecně ve velmi nízkých koncentracích. Toxikologicky nejvýznamnější jsou 2,3,7,8-tetrachlorované kongenery. V porovnání s tetrachlorovanými až oktachlorovanými dibenzodioxiny/dibenzofurany je skupina 74 monochlorovaných až trichlorovaných dibenzodioxinů/dibenzofuranů toxikologicky mnohém méně významná (faktory ekvivalentu toxicity viz příloha A).

Metody uvedené v této evropské normě by měli používat pouze zkušení pracovníci, kteří jsou vyškoleni v nakládání s vysoce toxickými sloučeninami.

1 Předmět normy

Tato část evropské normy stanoví postup odběrů vzorku PCDD/PCDF. Je nedílnou součástí celkového postupu měření. Pro stanovení PCDD/PCDF je nezbytné použití dalších dvou částí EN 1948-2 a EN 1948-3 určujících postupy extrakce a čištění a postupy identifikace a stanovení.

Tato evropská norma byla vypracována pro měření hmotnostních koncentrací PCDD/PCDF okolo 0,1 ng I-TEQ/m³ v odpadních plynech ze stacionárních zdrojů.

Tato evropská norma stanoví jak metodu validace, tak soubor požadavků řízení jakosti, které musí být splněny při odběru vzorků PCDD/PCDF.

Uživatel má možnost výběru některé ze tří různých metod:

- filtračně-kondenzační metody,
- zředovací metody,
- metody s chlazenou sondou.

Každá z metod odběru vzorku je charakterizována určitým vzorkovacím systémem popsaným podrobně v příloze B jako příklad daného postupu.

V průběhu srovnávacích měření uvedených tří metod odběru vzorku prováděných ve spalovnách komunálního odpadu při úrovni emisí asi 0,1 ng I-TEQ/m³ se tyto metody jevily jako srovnatelné s očekávanou hodnotou nejistoty. Validační zkoušky byly prováděny s odpadními plyny ze spaloven komunálního odpadu s obsahem asi 0,1 ng I-TEQ/m³ a s obsahem prachových částic od 1 mg/m³ do 15 mg/m³. Přestože tato evropská norma byla vypracována a validována především pro odpadní plyny produkované spalovnami odpadů, zkušenosti z praxe prokázaly, že jí lze použít v širokém rozsahu koncentrací a pro různé zdroje emisí.

Postup uvedený ve všech třech částech EN 1948 určuje požadavky, které je nutné splnit při stanovení 17 kongenerů nezbytných pro výpočet celkového I-TEQ (viz tabulka A.1).

Přestože dosud nejsou k dispozici příslušné validované charakteristiky, jsou uvedené měřicí metody vhodné nejen pro stanovení PCDD/PCDF, ale i pro stanovení ostatních netěkavých sloučenin, jako například PCB podobných dioxinům (podrobnosti týkající se odběru a analýzy vzorků viz CEN/TS 1948-4).