

2007

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

Stationary source emissions - Determination of mass concentration of PCDDs/PCDFs and dioxin-like PCBs - Part 2:
Extraction and clean-up of PCDDs/PCDFs

Emissions de sources fixes - Détermination de la concentration massique en PCDD/PCDF et PCB de type dioxine -
Partie 2: Extraction et purification de PCDD/PCDF

Emissionen aus stationären Quellen - Bestimmung der Massenkonzentration von PCDD/PCDF und dioxin-ähnlichen
PCB - Teil 2: Extraktion und Reinigung von PCDD/PCDF

Tato norma je českou verzí evropské normy EN 1948-2:2006. 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 1948-2:2006. 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 1948-2 (83 4745) z července 1998.

Národní předmluva

Změny proti předchozí normě

V normě jsou na rozdíl od původní provedeny změny v normativní části. Jejich výčet je uveden v předmluvě k normě.

Informace o citovaných normativních dokumentech

EN 1948-1:2006 zavedena v ČSN EN 1948-1 (83 4745) Stacionární zdroje emisí - Stanovení hmotnostní koncentrace PCDD/PCDF a dioxinům podobných PCB - Část 1: Vzorkování 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

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 byla k předmluvě doplněna informativní národní poznámka.

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. Oldřich Čermák

EVROPSKÁ NORMA	EN 1948-2
EUROPEAN STANDARD	
NORME EUROPÉENNE	
EUROPÄISCHE NORM	Březen 2006

Stacionární zdroje emisí - Stanovení hmotnostní koncentrace
PCDD/PCDF a dioxinům podobných PCB - Část 2: Extrakce a čištění
PCDD/PCDF
Stationary source emissions - Determination of mass concentration
of PCDDs/PCDFs and dioxin-like PCBs - Part 2: Extraction and clean-up
of PCDDs/PCDFs

Emissions de sources fixes - Détermination de la concentration massique en PCDD/PCDF et PCB de type dioxine - Partie 2: Extraction et purification de PCDD/PCDF	Emissionen aus stationären Quellen - Bestimmung der Massenkonzentration von PCDD/PCDF und dioxin-ähnlichen PCB - Teil 2: Extraktion und Reinigung 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, Rumunska, Řecka, Slovenska, Slovinska, Spojeného království, Španělska, Švédsko 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 1948-2:2006 E

jsou celosvětově vyhrazena národním členům CEN.

Strana 4

Obsah

Strana

Předmluva

.....
..... 5

Úvod

.....	7
1 Předmět normy	8
2 Citované normativní dokumenty	8
3 Termíny a definice	8
4 Značky a zkratky	10
4.1 Obecné	10
4.2 Kongenery PCDD/PCDF	11
5 Podstata postupu extrakce a čištění.....	11
5.1 Podstata	11
5.2 Minimum údajů požadovaných před analýzou.....	12
6 Zařízení, materiály a standardy značené ¹³ C ₁₂	12
6.1 Zařízení a materiály	12
6.2 Standardy značené	

$^{13}\text{C}_{12}$

.....
12

7 Validace metody a požadavky na řízení
jakosti..... 13

7.1 Použití standardů značených
 $^{13}\text{C}_{12}$ 13

7.2 Předběžná úprava
vzorku
.....
14

7.3
Čištění
.....
..... 14

8 Předběžná úprava vzorku a
extrakce..... 14

8.1 Přídavek extrakčních
standardů
..... 14

8.2 Uchovávání
vzorků
.....
..... 15

8.3
Extrakce
.....
..... 15

8.4
Čištění
.....
..... 15

8.5 Konečné zkoncentrování extraktu
vzorku..... 16

8.6 Přídavek standardů pro určení
výťažnosti..... 16

9
Protokol
.....
..... 16

Příloha A (informativní) Příklady použití extrakčních a čisticích metod..... 17

Příloha B (informativní) Vztah ke směrnicím EU..... 34

Bibliografie

..... 35

Strana 5

Předmluva

Tato evropská norma (EN 1948-2:2006) 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 1948-2:1996.

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 B).

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 1948-2:

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 názvů 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 A „Příklady postupu“ zůstala nezměněna a odpovídá 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 6

3. **Předmět normy:**

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

4. **Normativní odkazy:**

- Doplnění nejnovějších odkazů na EN 1948-1:2006 a EN 1948-3:2006

5. **Kapitola 3 Termíny a definice:**

- Rozdělení na kapitolu 3 „Termíny a definice“ a kapitolu 4 „Značky a zkratky“ a následné odlišné číslování následujících kapitol
- Upravená definice „terénního slepého pokusu“
- Upravená definice „analytického slepého pokusu“
- Upravená definice „vzorkovacího standardu“: týká se pouze furanů
- Termín „nástríkový standard“ přejmenován na „standard pro určení výtěžnosti“
- Upravená definice „standardu pro určení výtěžnosti“: pouze pro dioxiny
- Doplněna definice „PCB s vlastnostmi dioxinů“
- Termín „objem vzorku“ přejmenován na „objem extraktu vzorku“
- Upravená definice a požadavky izokinetického odběru vzorku podle EN 13284-1:2001
- Doplněna definice a výpočet meze detekce
- Doplněna definice a výpočet meze stanovitelnosti
- Doplněny definice WHO pro TEF a TEQ

6. **Kapitola 5 Podstata postupu extrakce a čištění:** Doplnění článku 5.2 „Minimum údajů požadovaných před analýzou“

7. **Článek 7.2 Předběžná úprava vzorku:** Úprava požadavků týkajících se předběžné úpravy vzorku nutných pro lepší srozumitelnost

8. **Článek 8.1 Přídavek extrakčních standardů:** Oprava pro lepší srozumitelnost

9. **Článek 8.2 Uchovávání vzorků:** Požadavek uchovávat vzorky při teplotě $< 4\text{ °C}$ byl vypuštěn a nahrazen:

„v temnu při teplotě nepřevyšující teplotu laboratoře (přibližně 25 °C)“

10. **Článek 8.3 Extrakce:** Požadavek provádět předběžnou úpravu vzorku zásadně pomocí HCl byl umístěn na první místo

11. **Příloha A.2.1.4.4:** Oprava názvu „Zkouška aktivity adsorbentu“

12. **Příloha A.4.3:** Oprava: PCB s vlastnostmi dioxinů (neplanární PCB) jsou separovány od PCDD/F

13. **Obrázek A.4 Popis:** Oprava: PCB s vlastnostmi dioxinů (neplanární PCB) jsou adsorbovány

14. **Příloha B:** Doplnění nejnovějších informací týkajících se mandátu normalizačního projektu a splnění základních požadavků Směrnic EU 94/67/ES a 2000/76/ES

15. **Bibliografie:** Doplněna novými odkazy

Podle Vnitřních předpisů CEN/CENELEC jsou tuto evropskou normu povinný zavést národní normalizační organizace následujících zemí: Belgie, České republiky, Dánska, Estonska, Finska, Francie, Irska, Islandu, Itálie, Litvy, Lotyšska, Lucemburska, Kypru, Maďarska, Malty, Německa, Nizozemska, Norska, Polska, Portugalska, Rakouska, Rumunska, Řecka, Slovenska, Slovinska, Spojeného království, Španělska.

Strana 7

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 mnohem méně významná (faktory ekvivalentu toxicity viz příloha A EN 1948-1:2006).

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

Strana 8

1 Předmět normy

Tato část evropské normy stanoví postup extrakce a čištění odebraných vzorků PCDD/PCDF. Je nedílnou součástí celkového postupu měření. Pro stanovení PCDD/PCDF je nezbytné použití dalších dvou částí EN 1948-1:2006 a EN 1948-3:2006 určujících postupy odběru vzorků 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 použití postupů extrakce a čištění vzorků PCDD/PCDF. Některé metody jsou podrobně popsány v příloze A jako příklady schválených postupů.

Každá ze tří metod odběru vzorku (část 1) může být pro vytvoření celkového postupu měření doplněna extrakcí a čištěním (část 2) a identifikací a stanovením (část 3).

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 jeví 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 1948:2006 určuje požadavky, které musí být splněny při stanovení 17 kongenerů nezbytných pro výpočet celkového I-TEQ (viz tabulka A.1 EN 1948-1:2006).

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).

-- Vynechaný text --